

Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

**Vliv podmínek elektrolytického vylučování slitiny Ni – Fe
na mechanické vlastnosti povlaku**

***Influence Conditions of Elektrolytic Secretion Alloys Ni –
Fe on Mechanical Characteristics of Coating***

Student:
Vedoucí bakalářské práce:

Julie Sýkorová
doc. Ing. František Kristofory, Csc.

Ostrava, 2010

Zadání bakalářské práce

Student: **Julie Sýkorová**
Studijní program: **B2341 Strojírenství**
Studijní obor: **2303R002 Strojírenská technologie**
Specializace: **70 Strojírenská technologie**
Téma: **Vliv podmínek elektrolytického vylučování slitiny Ni – Fe na
mechanické vlastnosti povlaku
Influence Conditions of Electrolytic Secretion Alloys Ni – Fe on
Mechanical Characteristics of Coating**

Zásady pro vypracování:

1. Vyhodnocení současného stavu elektrochemického vylučování FGP na bázi slitiny Ni-Fe.
2. Požadavky na vylučovanou slitinu.
3. Ověřování technologických podmínek vylučování a jejich vlivu na výsledné mechanické vlastnosti slitiny.
4. Slitinový povlak s různým obsahem jednotlivých složek, vliv obsahu složek na mech. vlastnosti,
5. Technologický postup aplikace slitiny Ni-Fe, změny technologických podmínek na vnitřní prnutí v povlaku, tloušťku vrstvy, katodickou proudovou účinnost. Vliv tepelné expozice. Vylučování za nestandardních podmínek.
6. Vyhodnocení experimentů, závěr.

Seznam doporučené odborné literatury:

- PHAN, N., SCHWARTZ, M., NOBE, K. Electrodeposition of Fe-Ni and Fe-Ni-Co Super Invar Alloys. *Plating and Sur. Fin.* 75, 1988, 8, p. 46.
- KRISTOFORY, F. *Studium vlastností galvanických povlaků k ochraně strojních součástí proti opotřebení. Habilitační práce.* Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2000, s. 69.
- VÍTEK, J., LANDA, V., NEJEDLÝ, P. *Studium elektrolytů pro vylučování slitinových povlaků železa s niklem s vysokým obsahem železa. Výzkumná zpráva SVÚM Praha, Z – 79 – 4188.*
- SYSOEVA, V. V. Polučeníje splavov železa s nikellem elektroosžděním iz chloristych elektrolitov. *Žur. Prikl. Chim.* 32, 1959, s. 128.
- KRISTOFORY, F. *Renovace strojních součástí galvanickými povlaky. Kandidátská dizertační práce.* Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 1992.
- VÍTEK, J., KRISTOFORY, F., KANIA, P. Wirkung von gelöstem Lithium auf die kathodische Abscheidung von Nickel/Eisen-Legierungen, *Galvanotechnik* 90, 1999, s. 2127

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí bakalářské práce: **doc. Ing. František Kristofory, CSc.**

Datum zadání: 18.12.2009

Datum odevzdání: 21.05.2010



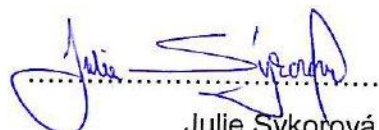
prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.
vedoucí katedry



prof. Ing. Radim Farana, CSc.
děkan fakulty

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci vypracovala samostatně, pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedla jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě dne 21. 5. 2010


Julie Sykorová

Prohlašuji, že:

- jsem byla seznámena s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména § 35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 - školní dílo.
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB - TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že jeden výtisk bakalářské práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB - TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o bakalářské práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB – TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB - TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo - bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB - TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB - TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- beru na vědomí, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 11/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě dne 21. 5. 2010

Zátor-Loučky 191, 793 16



Julie Sýkorová

ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Sýkorová, J. *Vliv elektrolytického vylučování slitiny Ni-Fe na mechanické vlastnosti povlaku*. Ostrava: Katedra mechanické technologie, Fakulta strojní VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2010. 69 s. vedoucí: Kristofory, F.

V předložené práci se zabývám výzkumem nových galvanických povlaků pro využití ve strojírenství například pro zvýšení odolnosti proti abrazi, náhrada tepelného zpracování a pro renovaci součástí. Zaměřuji se zejména na slitinový povlak Ni-Fe, který dle dosavadních poznatků měl vyhovovat účelu zkoumání. Pozornost věnuji zvláště na silné vrstvy s nízkým vnitřním napětím. Výsledky experimentů odpovídají požadavkům.

ANNOTATION OF BACHELOR'S WORK

Sýkorová, J. *Influence Conditions of Electrolytic Secretion Alloys Ni-Fe on Mechanical Characteristics of Coating*. Ostrava: Department of mechanical technology, Faculty of Mechanical Engineering VŠB - Technical University of Ostrava, 2010. 69 p. BACHELOR'S WORK leader: Kristofory, F.

In the present work i am atached by research of new galvanic surface films for usage in mechanical engineering for example for increment of endurance agens abrasion, compensation of heat treatment and for renovation of components. I focus mainly on the alloy coating of Ni-Fe, which according to present knowledge should meet the purpose of the study. I will addict especially to thick layers whit low eigenstress. The experimental results match requirements.

ÚVOD.....	8
1. SOUČASNÝ STAV ELEKTROCHEMICKÉHO VYLUČOVÁNÍ FGP NA BÁZI NI-FE	9
1.1 PODMÍNKY PRO VYLUČOVÁNÍ	9
2. POŽADAVKY KLADENÉ NA VYLUČOVANOU SLITINU.....	10
2.1 PŘÍČINY NAPJATOSTI POVLAKŮ	14
3. VLIV TECHNOLOGICKÝCH PODMÍNEK VYLUČOVÁNÍ NA MECHANICKÉ VLASTNOSTI POVLAKU	16
4. SLITINOVÝ POVLAK S RŮZNÝM OBSAHEM LÁTEK – VLIV OBSAHU SLOŽEK NA MECHANICKÉ VLASTNOSTI:	17
5. TECHNOLOGICKÝ POSTUP	17
STANDARTNÍ SLED OPERACÍ :	17
5.1 POKOVENÍ :	18
EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST:.....	19
6. CÍLE PRÁCE :.....	19
7. METODIKA :	19
7.1 PŘÍPRAVA ELEKTROLYTU PRO VYLUČOVÁNÍ POVLAKŮ :	19
7.2 POSTUP PŘI POKOVENÍ VZORKU :	20
7.3 POUŽITÉ ZAŘÍZENÍ PŘI MĚŘENÍ :	20
7.3.1 PŘÍPRAVA IS-METRU:.....	21
7.3.1.1 CHARAKTERISTIKA IS – METRU	21
7.3.1.2 PŘÍPRAVA PŘÍSTROJE K MĚŘENÍ:	21
7.3.1.3 SCHÉMA IS - METRU	22
7.3.2 SCHÉMA A SPECIFIKACE VZORKŮ :	23
7.4 VIZUÁLNÍ MAKROSKOPICKÁ A MIKROSKOPICKÁ KONTROLA POVLAKŮ:	25
7.4.1 MAKROSKOPICKÁ KONTROLA VZORKŮ:	25
7.4.2 MIKROSKOPICKÁ KONTROLA VZORKŮ:	36
7.4.3 METALOGRAFICKÉ ŠETŘENÍ POVLAKU :	45
7.5 KONTROLA HMOTNOSTNÍHO NÁRŮSTU – PO POKOVENÍ:	54
7.6 VYHODNOCENÍ:	55
7.6.1 OBECNÝ PŘÍKLAD VÝPOČTU :	55
7.6.2 PŘÍKLAD VÝPOČTU :	61
7.7 SHRnutí VÝSLEDKŮ	62
7.7.1 GRAFY ZÁVISLOSTÍ:	63
8. ZHODNOCENÍ A ZÁVĚR.....	65

9. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	67
-----------------------------------	----

SEZNAM ZNAČEK A SYMBOLŮ:

c_x – koncentrace látky x	mol.l^{-1}
C_p - koncentrace částic v roztoku	mol.l^{-1}
X_{Fe} – obsah železa v povlaku	%
F – Faradayova konstanta	$96\,500\text{ C/mol} = 1608\text{ A. min/mol}$
I- proud	A
J_k – proudová hustota - katodická	A.m^{-2}
M – molární koncentrace látky	mol.l^{-1}
m_1 - hmotnost vzorku před pokovením	g
m_2 - hmotnost vzorku po pokovení	g
m_k - hmotnost povlaku v čase τ_k	g
n – počet molů	
t – teplota	$^{\circ}\text{C}$
T – absolutní teplota	$^{\circ}\text{K}$
z – počet nábojů	
η – proudový účinek	%
σ – makropnutí	MPa
τ – čas, za který vyločíme povlak o velikosti $8\text{ }\mu\text{m}$	s
E - modul pružnosti	MPa
d - tloušťka pásk	μm
Δl - prodloužení (+), zkrácení (-) vzorku	mm
l - pokovená délka pásku	mm
ρ - hustota povlaku	g/cm^3
τ_k - čas ukončení experimentu	min

ÚVOD

Povrchové úpravy jsou jedny z nejdůležitějších technologií ve strojírenství. Elektrolytické vylučování povlaku patří k povrchovým úpravám součástí, které ovlivňují mechanické, estetické i jakostní vlastnosti součástí. Vývoj této technologie není dodnes ukončen. Elektrolyticky vyloučené povlaky z niklu a jeho slitin se také používají k opravě opotřeбенých nebo nesprávně obrobených součástí.

Na zlepšení mechanických vlastností vrstvy například pevnost, tvrdost a zvýšení tribologických vlastností mají vliv různé aspekty. Důležitým činitelem jsou zejména technologické podmínky vylučované vrstvy, což je dáno technologickým postupem, kde je zahrnuta proudová hustota, správná hladina pH, optimální složení lázně a teplota lázně. Tyto aspekty jsou na sebe vzájemně závislé a musíme je volit tak, aby došlo k vyloučení kvalitního povlaku, dle požadavků. Kvůli funkčnosti povlaku je současně nezbytná přilnavost k základnímu materiálu, což je dáno nejvyšší předúpravou povrchu.

Předmětem této bakalářské práce je ověření technologických parametrů vylučování slitiny Ni-Fe na vlastnosti povlaku. Budu se zabývat změnou obsahu železa v povlaku v závislosti na zvyšující se koncentraci železa v elektrolytu. Dále budu sledovat, jak se bude měnit katodická proudová účinnost v důsledku zvyšující se koncentrace železa v lázni. Současně budu zjišťovat velikost vnitřního pnutí (napětí v povlaku).

1. SOUČASNÝ STAV ELEKTROCHEMICKÉHO VYLUČOVÁNÍ FGP NA BÁZI NI-FE

FGP (funkční galvanické povlaky) jsou povlaky, které řadíme mezi silné povlaky, dosahující tloušťky až několik mm.

Pokud je slitina psaná Ni-Fe, znamená to, že niklu je ve slitině obsaženo více než 50 %. Tyto povlaky mají díky niklu dobré antikorozní účinky. Také jsou z ekonomického hlediska úspornější díky částečnému nahrazení niklu železem. Obsah železa se pohybuje v rozmezí 15-30%. V poslední době tato slitina nalezla v odvětví renovace strojních součástí obrovské uplatnění.

Vylučování slitinových povlaků je po technologické stránce náročnější než vylučování čistých kovů. Ale slitinové povlaky dosahují odlišných vlastností vylučovaných vrstev.

Princip nanášení má chemickou podstatu, jelikož je závislý na látkových přeměnách. Jde o přesuny elektrických nábojů v základních částicích, které mění energetický i kinetický základ v závislosti na čase, v kterém proces jednotlivé kroky probíhají. Proud je stejnosměrný, čas ovšem není lineární. [1, 2]

1.1 PODMÍNKY PRO VYLUČOVÁNÍ

Teplota elektrolytu by se měla pohybovat v rozmezí 50 – 60 °C, jiné teploty způsobují špatnou adhezi vyloučeného povlaku. Pro dobré vylučování povlaku je dobré udržovat pH lázně mezi 2,3 - 2,8. Při těchto podmínkách se katodová proudová účinnost pohybuje okolo 94 - 98 %. Použijeme-li katodovou proudovou hustotu 5 A.dm^{-2} , rychlost vylučování bude asi 50 $\mu\text{m/h}$. Pokud bychom zvýšili proudovou hustotu mohlo by dojít ke spálení povlaku dále zvýšená proudová hustota snižuje obsah železa ve vrstvě. Z těchto důvodů je nutné lázeň kontrolovat a doplňovat.

Elektroaktivní kationy doplňujeme do lázně z anod v určitém poměru. Nejlepší by bylo doplňovat lázeň pomocí slitinových anod o požadovaném poměru Ni : Fe. Tyto katody jsou však běžně špatně dostupné. Tohoto důvodu se zavádí dvojí anodový okruh tak, že každý proud prochází niklovými i železnými anodami a je tak možno je regulovat v určitém poměru. Ideální poměr $I_{\text{Ni}} : I_{\text{Fe}} = 4 : 1$.

Železo se v kyselém elektrolytu samovolně rozpustí. Z toho vyplývá, že koncentrace železa se zvyšuje, a to způsobí, že koncentrace železa bude snižovat poměr kationů $\text{Ni}^{2+} : \text{Fe}^{2+}$. Proto je důležité při dlouhodobém působení galvanického procesu anody železa vyndat. Využití okruhu s oddělenými anodami je ekonomicky náročnější z důvodu na počáteční investice do dvou zdrojů proudu [1,4]

2. POŽADAVKY KLADENÉ NA VYLUČOVANOU SLITINU

Metoda, jak určit požadavky kladené na povlak po elektrolytickém vylučování vrstvy Ni – Fe na kovový materiál je psána v ČSN EN 1403.

Aby námi vyloučený povlak vyhovoval jak funkčně, ochranně či vzhledově, musíme brát v potaz několik určitých činitelů :

- a) mechanické vlastnosti nanášené vrstvy
- b) její tloušťka
- c) její vzhled
- d) její pórovitost
- e) její chemické složení
- f) přilnavost povlaku k povrchu základního materiálu
- g) korozivzdornost
- h) ovlivnění struktury a vlastností základního materiálu součástí
- i) vnitřnínutí ve vrstvě
- j) produktivita procesu
- k) ekonomičnost procesu
- l) ekologické dopady

ad a) mechanické vlastnosti nanášené vrstvy . Nejdůležitějšími základními mechanickými vlastnostmi jsou pevnost v tahu, tvrdost a tažnost. Tvrdost a pevnost v tahu bývají vyjádřeny v poměru 1 : 3. Tvrdost je udávána v HV a pevnost v tahu v MPa. Tento poměr však neplatí vždy a závislost se někdy liší. Požadavkem bývá vyšší tvrdost, jelikož bývá spjata s odolností proti opotřebení. Tažnost elektrochemicky vyloučených povlaků se nesmí opomíjet hlavně tam, kde po vyloučení povlaku dojde k ohýbání nebo tváření. Nedostatečná tažnost by vedla k praskání povlaku již při procesu tváření. Tažnost se obvykle měří metodou ohybu na válcovém trnu. Tažnost se dává do poměru s pevností a tvrdostí v obráceném sledu. Nebo-li čím je tvrdost vyšší, tím je menší tažnost a naopak.

Provádíme-li zkoušku FGP, je možné zhotovit ploché tyče přímo ze slitinového povlaku a provádět zkoušky přímo na těchto vzorcích. [1,7]

ad b) tloušťka: Tloušťku povlaku Tloušťku povlaku navrhuje konstruktér, který musí přihlížet na náročnost provozních podmínek, funkci a mechanické vlastnosti. Tloušťka povlaku daná označením musí být minimální místní tloušťka. Minimální místní tloušťka povlaku měříme v jakémkoliv místě funkčního povlaku, jehož je možné se dotknout kuličkou o průměru 20 mm, pokud není stanoveno jinak. I když tloušťka elektrolyticky vyloučeného povrchu není omezena technicky, v praxi však potřebujeme přesnou geometrii povrchu. Při galvanickém vylučování je možné vylučovat silné tloušťky povlaku a je také možné vylučovat povlak proměnných tloušťek na různých místech povrchu součásti. Tento kladný aspekt může být omezen fyzikální podstatou procesu, tedy základním rozdělením katodických proudových hustot. Avšak vhodným uspořádáním geometrie elektrolyzátoru nebo za pomoci stínění je možné dosáhnout rozdílného zesílení nanášené vrstvy.

U tlustostěnných povrchů je těžké získat hladké a stejnoměrně tlusté povlaky. Elektrolytické pokovení je možno v určitou chvíli přerušit za účelem obrobení, aby splnil požadované drsnosti, ale poté je zapotřebí obrobený povlak reaktivovat, aby byla zajištěna přilnavost následujících vrstev. [5]

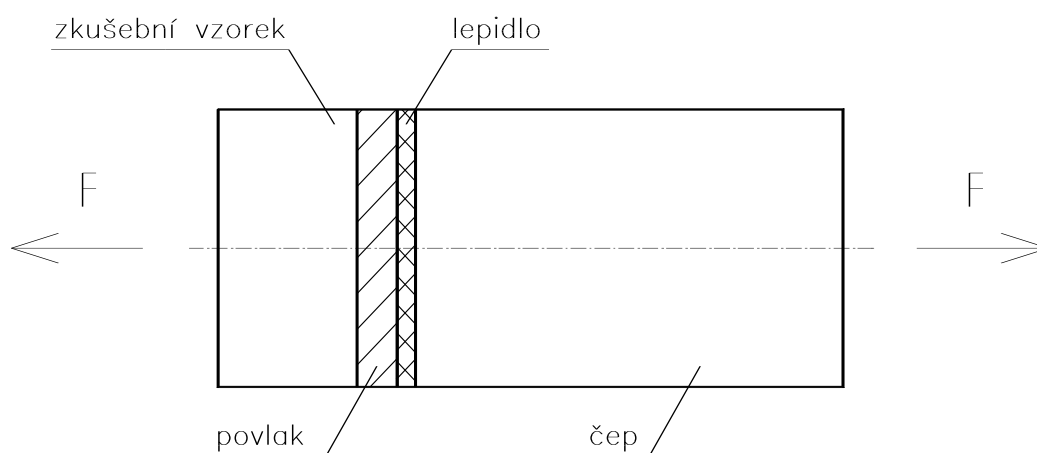
ad c) vzhled: Na funkčních plochách musí být povlak hladký, bez viditelných vad, jako jsou například důlky, trhliny, tvoření šupin, spálené povlaky, puchýře, odloupenutí a nepokovené plochy. Elektrochemicky vyloučený povlak, který pokrývá jen část povrchu, nesmí mít po obrábění na okrajích zesílení, nerovné hrany, výrůstky ani jiné podobné vady. Ke kontrole musíme použít schválené vzorky výrobků. U elektrochemicky pokovených výrobků, které se budou dále brousit na přesný rozměr, je nepřípustné použít chladicí kapalinu s příměsí síry. Aby se zamezilo vzniku trhlin je třeba u broušení postupovat dostatečně jemně. [5]

ad d) pórovitost: Pórovitost je u povrchových vrstev nežádoucí. Zhoršuje mechanické vlastnosti povrchové vrstvy. Pokud by nastala i elektrochemická koroze je pórovitost tím více nežádoucí. Zkoušku pórovitosti provádíme například horkou vodou nebo modifikovanou ferroxylou zkoušku. [8]

ad e) chemické složení: Chemické složení je důležité, pokud se bude povrch namáhat kombinovaně. Hlavně je tento aspekt brát v potaz pokud bude součást namáhána při vyšších teplotách.

ad f) přilnavost povlaku: Přilnavost je velmi důležitá ve vztahu k pokovovanému materiálu. Existují dva typy požadavků na přilnavost. První se týká technologie galvanoplastiky, kdy je potřeba dosáhnout co nejnižší adhezní síly a to z důvodu snadného snímání galvanické skořepiny od modelu. Vyšší adheze by mohla vést k defektům jako například natrhnutí modelu. V mém případě je naopak potřeba, aby adheze byla co nejvyšší, z důvodu dobrého ulpění povlaku na povrchu součásti i za extrémního namáhání. Proto je důležitá čistota povrchu před zahájením elektrochemického vylučování. Je potřeba odstranit všechny organické nečistoty a dále pak odstranit oxidické vrstvy. Z hlediska struktur povlaku a povlakovaného materiálu je přilnavost tím lepší, čím jsou struktury a mřížkové parametry více podobné. Někdy je nutné použít galvanickou mezivrstvu. S přilnavostí může být problém, pokud se přeruší galvanické vylučování. Další vylučování vrstvy niklu bude mít velmi špatnou přilnavost. Na toto stanovisko jsou citlivé hlavně vrstvy s vyšším obsahem síry.

Námi pokovený výrobek nebo vzorek musí projít při zkouškách ohybem, pilováním nebo tepelným rázem. Nejpoužívanější zkouška je zkouška tahem, viz. obr. 2. 1. [9, 10, 5,]



Obr. 2. 1. Schéma pro zkoušku tahem – dokazující přilnavost povrchu [1]

ad g) korozivzdornost: Povlak má dobré korozivzdorné schopnosti, jelikož nikl je za atmosférických podmínek v pasivním stavu. Korozivzdornost je faktor, který je důležité brát v potaz. Zkoušky pro korozivzdornost jsou dvojího druhu. První se dá nazvat jako přírodní a druhá jako laboratorní. Korozní rychlost se zvyšuje, pokud je v lázních obsažena síra. Korozivzdornost závisí také na dalších faktorech, jako je pórovitost. Abychom zlepšili korozivzdornost, musíme snížit pórovitost a toho docílíme zvýšením tloušťky povlaku. [3, 5, 6,]

ad h) ovlivnění struktury podkladového materiálu: Struktura podkladového materiálu může být ovlivněna, protože galvanické procesy probíhají při určitých teplotách. Nejčastěji se tyto procesy uskutečňují za teplot 50 – 60 °C .

ad i) vnitřní pnutí: U slitin niklu se vnitřní pnutí pohybuje v širokém rozsahu. Vnitřní pnutí lze rozdělit do 3 skupin:

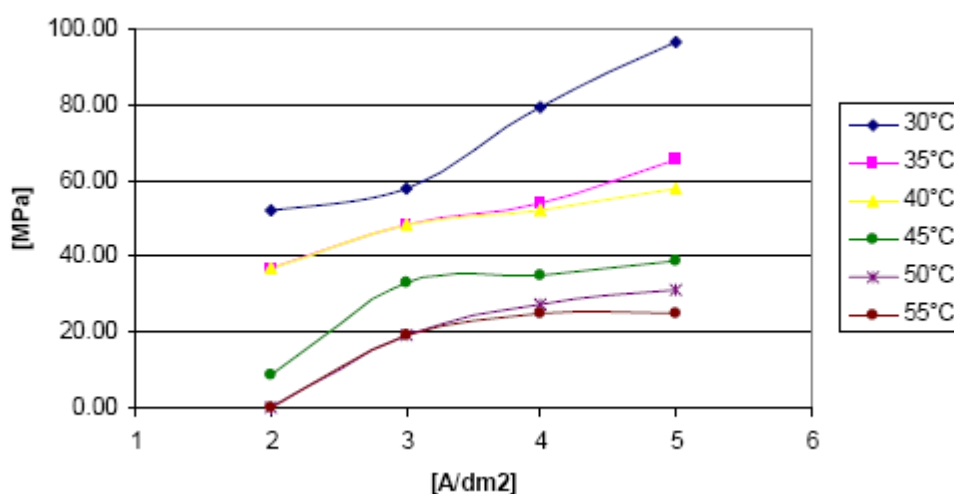
Zbytková napětí 1. druhu působí v celém materiálu a projevuje se navenek, někdy se nazývá makropnutí.

Zbytková napětí 2. druhu zasahují do oblasti zrn.

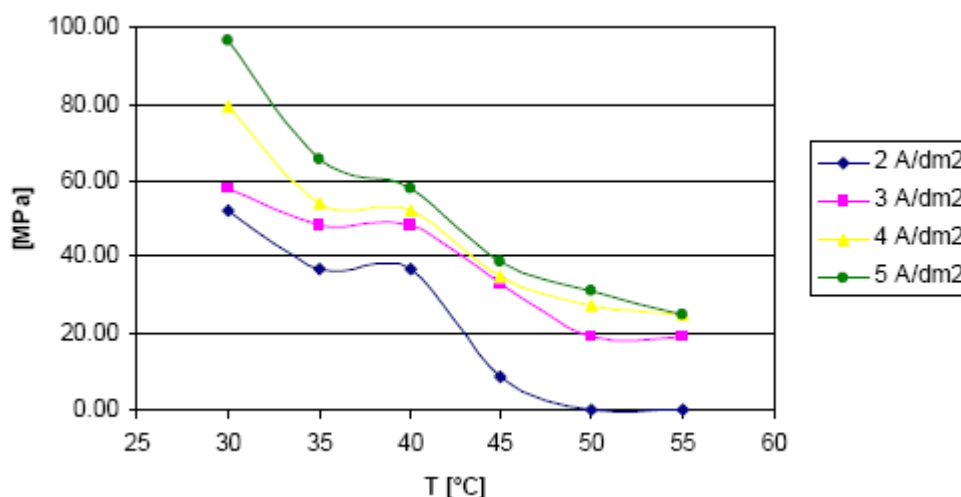
Napětí 3. druhu se vyskytuje v oblasti atomových skupin.

Makropnutí má největší význam, jelikož se projevuje navenek. Pokud makropnutí převyší hodnotu meze pevnosti povlaku, dochází k prasknutí povlakové vrstvy. Oproti tomu zbytkové napětí 2. a 3. druhu mají vliv na tvrdost povlaku (čím vyšší pnutí tím větší tvrdost).

Experimentálně budeme měřit přímo závislost vnitřního pnutí na proudové hustotě. Přibližné výsledky by se měli blížit výsledkům viz. graf. 2.1. Zbytkové napětí je závislé také na a teplotě elektrolytu viz. graf. 2.2. [11]



Graf 2. 1 : Znázornění závislosti vnitřního pnutí na proudové hustotě[10]



Graf. 2.2 : Grafické znázornění závislosti vnitřního pnutí na teplotě elektrolytu.[10]

2.1 PŘÍČINY NAPJATOSTI POVLAKŮ

Příčina vnitřního pnutí galvanických povlaků lze rozdělit do 4 skupin.

- 1.) Týká se vlivu vodíku, který difunduje dovnitř kovu, na fázové rozhraní a do elektrolytu a způsobuje tak smršťování mřížky. Tento druh pnutí je pouze u těch vrstev, kdy dochází ke spoluvylučování vodíku.
- 2.) Pokud se kationt vyloučeného kovu nezbaví svého hydratačního obalu. Na povrchu katody hlavně v místech jako jsou hrany, shluky dislokací se molekuly vody usadí společně s kovovým atomem. Za vysokého gradientu elektrostatického pole mohou reagovat za vzniku oxidů nebo hydroxidů, které mohou být zpět částečně redukovány na kov. Uvolněná voda difunduje ven z mřížky a způsobí smrštění mřížky.
- 3.) Při přeměně z hydrátovaného stavu na kovový stav v mřížce, musí kationt projít energetickou bariérou. Po průchodu zůstává kovovému kationtu přebytek energie a dojde k tomu, že má vyšší teplotu než okolí. Mřížka expanduje ve velice tenké vrstvě vyloučených kovových atomů v důsledku toho dochází po ochlazení ke vzniku tahových pnutí.
- 4.) V blízkosti vakancí vznikají hranové dislokace, které zapříčiňují tahové pnutí. Určité organické molekuly, které se absorbují přednostně na povrchových vakancích a brání vzniku negativních hranových dislokací.[1]

ad j) produktivita procesu: Pokud nanášíme FGP větších tloušťek musíme s produktivitou počítat. Rychlost vylučování, nebo-li množství kovu vyloučeného za jednotku času závisí na Faradayově zákonu. V praxi se průměrné katodické proudové hustoty pohybují od 1 do 5 A.dm⁻². Pokud je katodický účinek nad 0,9 rychlost vylučování je asi 10 – 50 μm/h.

ad k) ekonomičnost procesu: Některé procesy tvorby FGP jsou ekonomicky náročnější. Abychom vyloučili 1 kg kovu je spotřeba energie do 0,01 KWh. Dále je potřeba udržovat určitou teplotu lázně (okolo 50 °C). Je dobré vanu dobře izolovat, aby nedocházelo k výměně tepla s okolím. Z hlediska počátečních investic je potřebné pořídit vanu, jejíž cena se pohybuje v řádu desítek tisíc Kč, usměrňovače okolo 100 - 200 000 ,- Kč, filtrační aparatura je o něco levnější než usměrňovač. Finančně náročný je elektrolyt, jehož cena je kolem 200,- Kč/l. Cena chemikálií, které slouží především k udržení pH lázně jsou zanedbatelné.

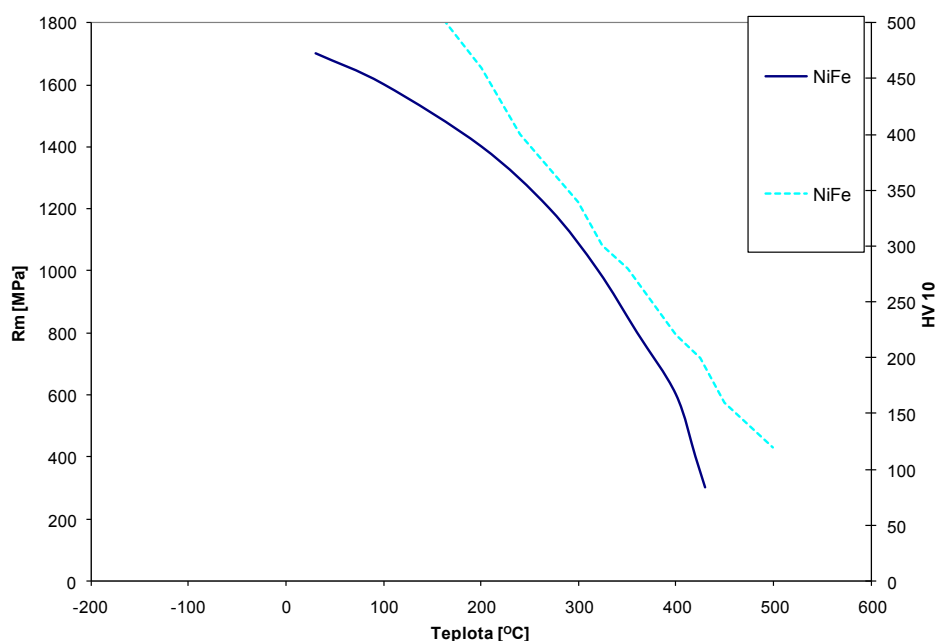
ad l) ekologie procesu: V dnešní době se ekologie velmi řeší. Galvanické procesy patří do skupiny škodlivých procesů, jelikož se pracuje s těžkými kovy a jejich únik do prostředí je velmi nežádoucí. Nežádoucí látky z galvanických procesů se můžou dostat jak do ovzduší tak do odpadních vod. Aby nedocházelo k únikům do odpadních vod je třeba zřídit neutralizační stanice, kam jsou odváděny všechny oplachy z výroby. U technologie FGP se oplachy používají mnohem častěji, a proto by bylo znečištění několikrát vyšší než obvykle. Úniky do ovzduší jsou závislé na katodickém nebo anodickém proudovém účinku.[1]

3. VLIV TECHNOLOGICKÝCH PODMÍNEK VYLUČOVÁNÍ NA MECHANICKÉ VLASTNOSTI POVLAKU

Mezi základní mechanické vlastnosti patří vnitřní pnutí povlaku. Vnitřní pnutí ve vrstvě velmi ovlivňuje pH faktor. S rostoucím pH roste i proudová účinnost. PH lázně by se mělo pohybovat v rozmezí 2,3 – 2,8. Pokud je pH vyšší než je hodnota 3, je proudová účinnost vysoká a roste vnitřní pnutí vyloučeného povlaku. Jestli-že je pH naopak nižší než hodnota 1,9, katodická proudová účinnost je velmi nízká.

S rostoucí hodnotou pH se zrychluje oxidace Fe^{2+} na Fe^{3+} . Trojmocný atom železa Fe^{3+} mění vlastnosti elektrolytu a způsobuje drsnost povlaku a zvyšuje vnitřní pnutí v povlaku. Povrchové napětí můžeme také ovlivnit tím, že do elektrolytu přidáme smáčedla. Tyto smáčedla musí být rozpustné při hodnotě pH 1 – 5. Můžeme například použít Slovaton, Nekal nebo Neokal.

Dalšími mechanickými vlastnosti, na které často přihlížíme jsou tvrdost a pevnost v tahu. Na graf. 3.1 můžeme vidět graf závislosti tvrdosti a pevnosti v tahu na teplotě tepelného zpracování. [3,13]



Graf. 3.1 : Vliv závislosti teploty zpracování na tvrdosti HV 10 a pevnosti v tahu[1]

Z grafu je zřejmé, že se stoupající teplotou klesá jak tvrdost, tak pevnost v tahu. K základním testům mechanických vlastností galvanických povlaků patří právě zkouška tvrdosti, protože je pod experimentálně velmi jednoduchá a není potřeba větších vzorků.

4. SLITINOVÝ POVLAK S RŮZNÝM OBSAHEM LÁTEK – VLIV OBSAHU SLOŽEK NA MECHANICKÉ VLASTNOSTI:

Pokud elektrolyticky nanášíme povlak na základní materiál, vzniká nám mezi základním materiálem a povlakem přechodová vrstva. V této vrstvě se množství Fe snižuje od hodnoty obsahu Fe základního materiálu až k hodnotě obsahu Fe v povlaku. U Ni je tomu právě naopak. Procento Ni od základního materiálu roste až k povlaku, kde je hodnota Ni stálá. Obsahy Fe a Ni jak v základním materiálu, tak v povlaku není konstantní. Část Ni se při elektrolytickém pokovení dostává do základního materiálu.[1]

5. TECHNOLOGICKÝ POSTUP

Abychom vyloučili povlak dobré kvality, musíme náležitě připravit základní materiál, na který budeme nanášet. Špatná příprava by vedla k odlupování povlaku. Povrch musí být odmaštěný, zbavený okují, korozních a mechanických nečistot.

STANDARTNÍ SLED OPERACÍ :

- 1.) Přebroušení (Odstranění drobných nerovností jako jsou například rýhy apod.)
- 2.) Hrubé odmaštění (Odmašťujeme buď v organických rozpouštědlech nebo v alkalických lázních. Jako organická rozpouštědla se používají například benzín nebo perchlórethylén. Příkladem alkalických rozpouštědel je Radalod nebo Sylabod 30. Po organickém odmašťování následuje sušení. Jestliže použijeme alkalickou lázeň, musíme vzorky následně opláchnout studenou vodou.)
- 3.) Moření v kyselině (Používá se hlavně, když je základní materiál korozně poškozen.)
- 4.) Elektrolytické odmaštění
- 5.) Dekapování (Aktivace)
- 6.) Vlastní pokovení základního materiálu [12]

Ad 2.) Cílem je zbavit povrch mazacích olejů, leštících past a tuků po tažení apod.

Dobré hrubé odmaštění zajišťuje lepší přístup následné mořící kyseliny k povrchu a tím úplné odstranění korozních nečistot.

Vhodný odmašťovač volíme podle základního materiálu a stupni znečištění.

Ad 3.) Účelem této operace je zbavit materiál korozních produktů, případně okují.

Nejčastěji se používá kyselina chlorovodíková v koncentraci 10 – 20 % (cca 1 : 1) při normální teplotě. Dále je možné použít například kyselinu sírovou o stejné

koncentraci jako kyselina chlorovodíková, ale avšak při zvýšené teplotě. Někdy se používá směs těchto kyselin.

Při moření je důležité použít inhibitory moření nebo přípravky pro současné odmaštění. K tomu se používá např. Beizentfetter. Použitím inhibitorů se nepřemoří základní materiál a také se dokončí nedokonalé hrubé odmaštění.

Ad 4.) Cílem elektrolytického odmaštění je odstranění zbylých mastnot případně začínajících korozních produktů.

Vhodný přípravek musíme vyzkoušet pro dané pracovní podmínky.

Ad 5.) Účelem dekapování je neutralizace zbytků alkalických odmašťovačů na povrchu základního materiálu a aktivace jeho povrchu. Nejčastěji se používá kyselina chlorovodíková v koncentraci 5 – 8 % (cca 1 : 4 – 1 : 6).[9,12]

5.1 POKOVENÍ :

- Doba před poslední úpravou a pokovením musí být co nejkratší, jinak by povrch lehce zoxidoval, což by znamenalo zhoršení přilnavosti povlaku.
- Pokovovací lázeň musí být sledována a doplňována, aby byly zajištěny konstantní podmínky pokovení .
- Lázně se musí filtrovat, aby po pokovení nevznikaly drsné povlaky a také by vznikaly čáry od difundujícího vodíku.
- Filtrační zařízení by mělo vyměnit celou lázni 1 – 2 x za hodinu.
- Je nutný vzájemný pohyb zboží a lázně. Tento aspekt zajistíme čeřením lázně vzduchem nebo pohybem katodových tyčí. Tyto způsoby je možné kombinovat.
- Množství dmýchaného vzduchu by se mělo pohybovat okolo 0,2 m³/min na 1 metr katodové tyče.
- Pro rovnoměrné čeření po celé délce vany je nutné aby součet průřezů otvorů v míchací trubce nepřekročil 1/3 průřezu trubky.
- Při míchání pohybem katodové tyče je lepší použít horizontální pohyb.
- U katodových tyčí, které mají délku pohybu 100 – 200 mm, by měla průměrná rychlost dosahovat 6 – 10 m/min.
- Anody nebo anodové koše musí být umístěny v anodových sáčkích. Které jsou z polypropylenu nebo polyesteru.
- Nejlepší je použít depolarizované anody Ni.
- Železné anody jsou z nízkouhlíkaté oceli.[8]

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST:

6. CÍLE PRÁCE :

Cílem tohoto měření je zjistit, do jaké míry ovlivňují parametry vylučování na pnutí ve vyloučené vrstvě. Sledovanými parametry bude vliv proměnného obsahu železa v elektrolytu a měnící se katodická proudová hustota, kterou pro provedení experimentu volíme 2 A/dm^2 a 5 A/dm^2 . Také nás zajímá, zda-li povlak při vyšším obsahu železa nezačne praskat z důvodu zvyšujícího se pnutí v povlaku.

7. METODIKA :

7.1 PŘÍPRAVA ELEKTROLYTU PRO VYLUČOVÁNÍ POVLAKŮ :

První dvě experimentální měření provádíme v základní lázni o chem. složení:

$\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	$0,7 \text{ mol/l} \rightarrow 200 \text{ g/l}$
$\text{H}_2\text{SS} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$0,06 \text{ mol/l} \rightarrow 15,6 \text{ g/l}$
KOH	$0,12 \text{ mol/l} \rightarrow 6,7 \text{ g/l}$
KBr	$0,085 \text{ mol/l} \rightarrow 10 \text{ g/l}$
H_3BO_3	$0,5 \text{ mol/l} \rightarrow 30 \text{ g/l}$
Laurylsíran sodný	$0,2 \text{ g/l}$

Následně budeme zvyšovat koncentraci železa v elektrolytu periodicky.

Z připravených 5 l základní lázně jsem vždy odebrala 1l, do něž jsem přidala 7g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, což představuje $0,025 \text{ mol/l Fe}$.

Pokovení vzorku v lázni o určité koncentraci provádím 2 x. První pokovení probíhá při proudové hustotě 2 A/dm^2 a druhé při proudové hustotě 5 A/dm^2

7.2 POSTUP PŘI POKOVENÍ VZORKU :

Jako vzorek je použit pásek pro měření vnitřního napětí IS-metrem. Rozměry vzorku: délka cca 250 mm, šířka 10 mm a tloušťka vzorku je 0,05 mm. . Pokovovaná plocha pro zjištění vnitřního napětí je 10 x 175 (mm). Tedy celková pokovená plocha vzorku z obou stran je 0,35 dm² a z této velikosti plochy vycházím pro další výpočty. Z proudové hustoty nám vyplývá, že pro vzorek, který chceme pokovovat proudovou hustotou 2 A/dm² použijeme proud o velikosti 0,7 A a pro proudovou hustotou 5 A/dm², nastavíme proud na hodnotu 1,75 A.

- 1.) Vzorek nejprve hrubě odmastíme pomocí chloroformu. Po oschnutí vzorku jej musíme zvážit. Poté vzorek ještě jednou odmastíme pomocí přípravku Star 50, pak následuje oplach vodou z vodovodu a následný oplach destilovanou vodou.
- 2.) Takto připravený vzorek upneme do IS - metru a přístroj vložíme do zkoušené lázně, v níž se několik minut temperuje. Během temperování se hodnoty na digitálním měřidle pohybují. Po ustálení hodnot na digitálním přístroji je přístroj vytemperován.
- 3.) Pootočením ladícího knoflíku nastavíme na digitálním přístroji nulu.
- 4.) Nyní můžeme zapnout pokovovací proud. Záporný pól připojíme na kovovou kostru přístroje, která prochází vzorkem a současně zapneme stopky.

Na digitálním přístroji Millitron odečítáme hodnoty : zkrácení (se zápornými hodnotami) nebo prodloužení (s kladnými hodnotami) vzorku v μm.

- 5.) Po ukončení pokovovacího procesu se přístroj vyjmeme z lázně, upnutý vzorek opláchneme a osušíme a vyjmeme z IS – metru. Nyní vzorek znovu zvážíme a změříme pokovenou délku.

7.3 POUŽITÉ ZAŘÍZENÍ PŘI MĚŘENÍ :

- IS – metr
- Ampérmetr (DT830B digital multimetr)
- Indukční snímač (MILLITRON 1202 D s rozsahem 200μm)
- Přenosný digitální pH/mV metr (PICCOLO AT HL 1925)
- Termostat (U10)
- Stabilizovaný zdroj (GLZ 10 40 V-40A)
- Laboratorní váhy (PRL TA 13/1 s přesností 0,00005)
- Laboratorní váhy (METTELER TOLEDO – AB 204-S Typ CLASSIC)
- Stopky (analogové)

7.3.1 PŘÍPRAVA IS-METRU:

7.3.1.1 CHARAKTERISTIKA IS – METRU

Měří zkracování a prodlužování vzorku. Tyto délkové rozdíly dosadíme do vzorců s dalšími hodnotami a dopočítáme vnitřní pnutí.

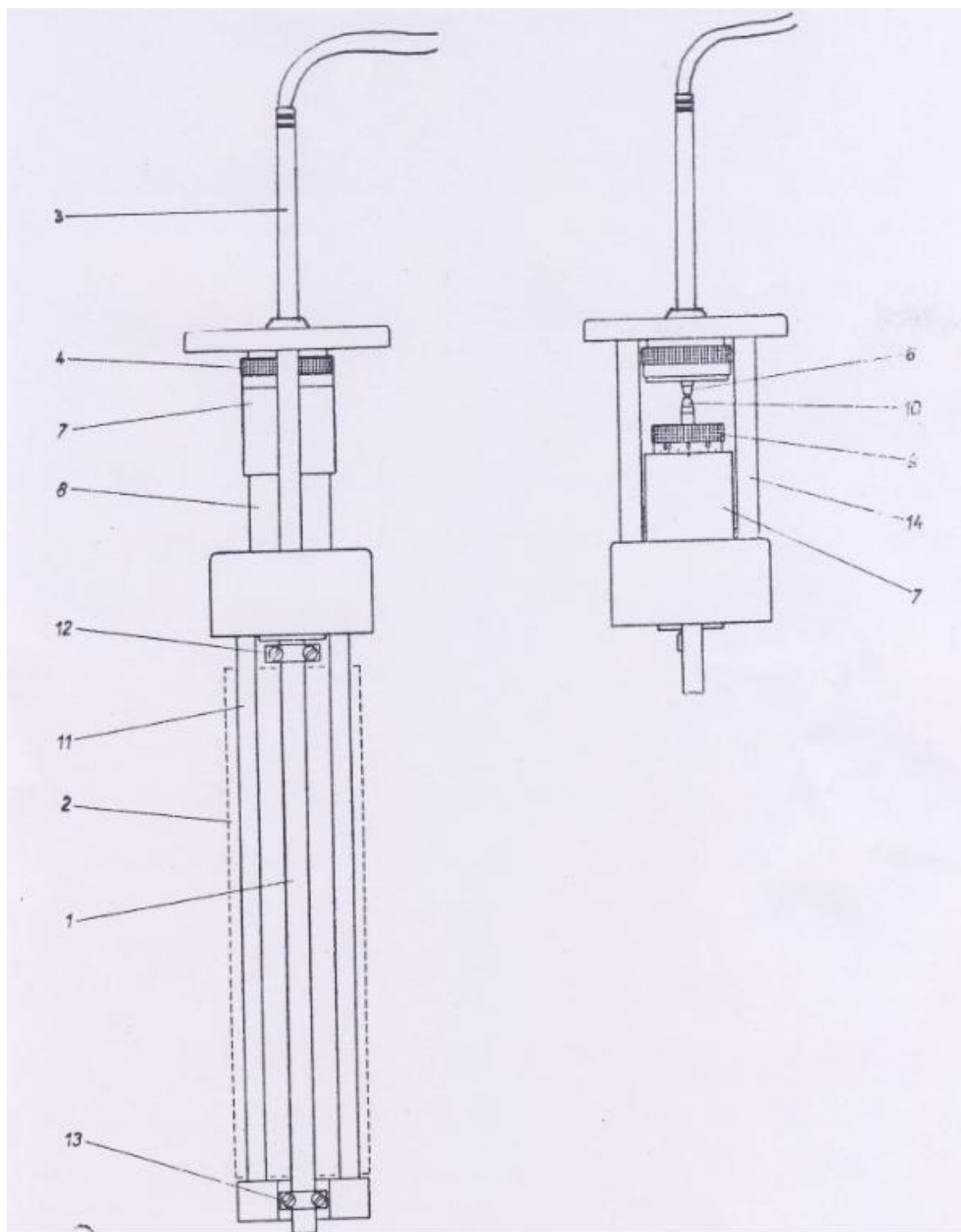
Přístroj má tři hlavní části :

1. Dolní část – do této části upínáme zkušební vzorek, okolo vzorku je rám. Tato část je skoro z celé části ponořena do lázně ve svislé poloze.
2. Střední část – je zde zařízení pro vyvolání předpětí zkušebního vzorku.
3. Horní část – obsahuje čidlo měřící úchylku. Čidlo je upnuto v ose přístroje pomocí sklíčidla.

7.3.1.2 PŘÍPRAVA PŘÍSTROJE K MĚŘENÍ:

1. Mírně se povolí vroubkovaná matice 4 a elektronické čidlo 5 se opatrným spouštěním nastaví tak, aby dotykový hrot 6 byl přibližně v rovině spodního okraje matice 4. Poté mírně dotáhneme matici 4.
2. Otáčením doleva se širší kryt z plexi-skla 7 uvolní z horního závitu, spustí se dolů a lehce se našroubuje na dolní závit krytu 8. Vroubkovaná matice 9 opatřená stupnicí se nastaví tak, aby při jejím otáčením doleva se právě začal snižovat dotyk 10 a aby nula stupnice byla nad ryskou vyznačenou na krytu 8. Toto je výchozí poloha pro nastavení zvoleného předpětí vzorku.
3. Otáčením vroubkované matice 9 doleva se stlačuje cejchovaná pružina (otočením o 360° se pružina stlačí o 1 mm).
4. Na rovnou desku se položí upínací přípravek 2 a přístroj se uloží tak, aby závěsné tyče 11 přístroje ležely po celé délce v drážkách upínacího přípravku 2. Uvolní se příchytka svorek 12 a 13, vzorek se volně vloží do střední drážky upínacího přípravku 2 a svorky 12, 13 dotáhneme pomocí šroubků tak, aby byl vzorek pevně upnut. Při upínání však nesní dojít k sebemenšímu deformování vzorku. Přístroj sejmeme z upínacího přípravku a matici 9 pootočíme o jednu otočku doprava a tím předeptáme vzorek.
5. Mírně povolíme matici 4 a velmi přesným posouváním se čidlo snižuje, až dotykový hrot 6 dosedne na plošku dotyku 10. Na digitálním přístroji se snažíme docílit celistvých čísel, nejlépe nuly, aby se nám hodnoty lépe odečítaly. Až máme optimální hodnotu na digitálním úchylkoměru zafixujeme čidlo pomocí matice 4.
6. Kovová svorka 13 se zakryje pomocí krytu z plexi-skla.

7.3.1.3 SCHÉMA IS - METRU



Obr. 7. 1. Obrázek znázorňuje schéma IS-metru

1 - vzorek, 2 - upínací přípravek , 3 - sonda s dotykovým hrotem, 4 - vroubkovaná matice, 7- kryt z plexiskla, 9 - vroubkovaná matice se stupnicí, 11 – závěsné tyče, 11- sloupky, 12,13 – svorky

7.3.2 SCHÉMA A SPECIFIKACE VZORKŮ :

FOTOGRAFICKÁ ODKUMENTACE VZORKŮ - MAKRO POHLED :

Fotografický snímek byl pořízen pomocí digitálního fotoaparátu značky OLYMLUS CAMEDIA c-7070.



Obr. 7.2. Souhrnná fotografie všech pokovených vzorků

Rozměry vzorku : délka cca 250 mm, šířka 10 mm a tloušťka vzorku je 0,05 mm.



Obr. 7.3. Uložení vzorku (ocelový pásek) v upínacím přípravku

Specifikace použitých vzorků :

VZOREK Č. 1.	Povlak Ni vytvořen ze základní lázně bez přídavku železa.
	Vyloučeno při proudové hustotě 2 A/ dm ² .
VZOREK Č. 2.	Povlak Ni vytvořen ze základní lázně bez přídavku železa.
	Vyloučeno při proudové hustotě 5 A/ dm ² .
VZOREK Č. 3.	Slitinový povlak Ni-Fe vytvořen ze základní lázně s přídavkem 0,025 mol/l Fe.
	Vyloučeno při proudové hustotě 2 A/ dm ² .
VZOREK Č. 4.	Slitinový povlak Ni-Fe vytvořen ze základní lázně s přídavkem 0,025 mol/l Fe.
	Vyloučeno při proudové hustotě 5 A/ dm ² .
VZOREK Č. 5.	Slitinový povlak Ni-Fe vytvořen ze základní lázně s přídavkem 0,05 mol/l Fe.
	Vyloučeno při proudové hustotě 2 A/ dm ² .
VZOREK Č. 6.	Slitinový povlak Ni-Fe vytvořen ze základní lázně s přídavkem 0,05 mol/l Fe.
	Vyloučeno při proudové hustotě 5 A/ dm ² .
VZOREK Č. 7.	Slitinový povlak Ni-Fe vytvořen ze základní lázně s přídavkem 0,075 mol/l Fe.
	Vyloučeno při proudové hustotě 2 A/ dm ² .
VZOREK Č. 8.	Slitinový povlak Ni-Fe vytvořen ze základní lázně s přídavkem 0,075 mol/l Fe.
	Vyloučeno při proudové hustotě 5 A/ dm ² .
VZOREK Č. 9.	Slitinový povlak Ni-Fe vytvořen ze základní lázně s přídavkem 0,1 mol/l Fe.
	Vyloučeno při proudové hustotě 2 A/ dm ² .
VZOREK Č. 10.	Slitinový povlak Ni-Fe vytvořen ze základní lázně s přídavkem 0,1 mol/l Fe.
	Vyloučeno při proudové hustotě 5 A/ dm ² .

Tab. 7.1 : Specifické podmínky vylučování pro vzorky 1- 10.

7.4 VIZUÁLNÍ MAKROSKOPICKÁ A MIKROSKOPICKÁ KONTROLA POVLAKŮ:

7.4.1 MAKROSKOPICKÁ KONTROLA VZORKŮ:

VIZUÁLNÍ KONTROLA VZORKŮ POUHÝM OKEM:

Tato makroskopická kontrola bude dokumentována digitálním fotoaparátem značky OLYMPUS model CAMEDIA c-7070

(Tyto fotky jsou v pořadí této práce vždy první)

VIZUÁLNÍ KONTROLA VZORKŮ S DESETINÁSOBNÝM ZVĚTŠENÍ:

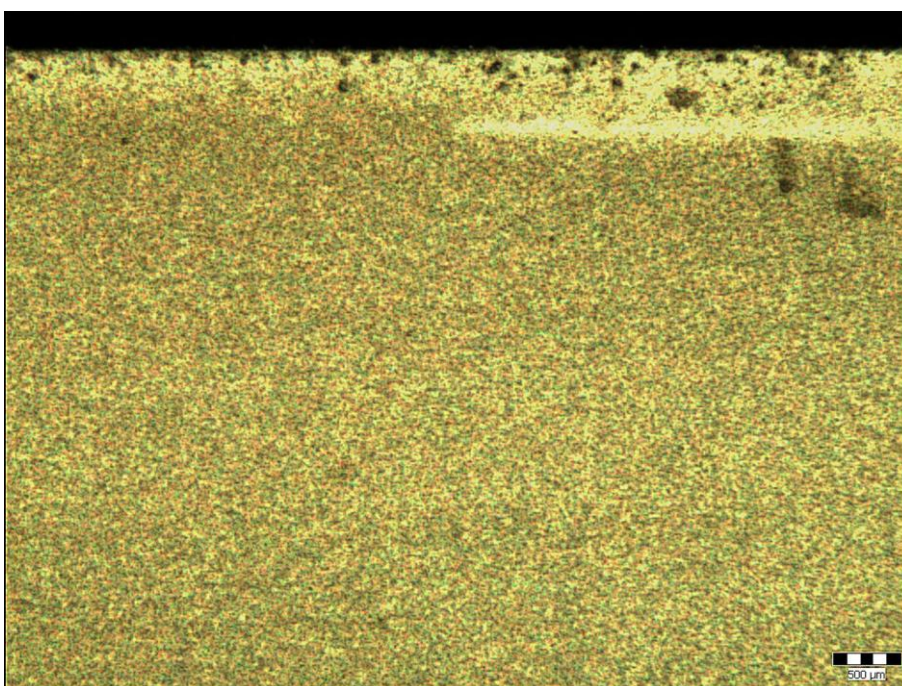
Kontrolu jsem prováděla pomocí světelné mikroskopie, která byla provedena na optickém světelném mikroskopu NEOPHOT 21 značky CarlZeiss-Jena s počítačovou podporou QuickPHOTO Industrial 22 se zvětšením 10 x.

(Tyto fotografie následují vždy hned za fotografiemi pořízenými z fotoaparátu OLYMPUS)

VZOREK Č. 1 : (Pouze Ni povlak)



Obr. 7.4 : vzorek č. 1: na obrázku vidíme rovnoměrně vyloučený povlak bez známek peetingu

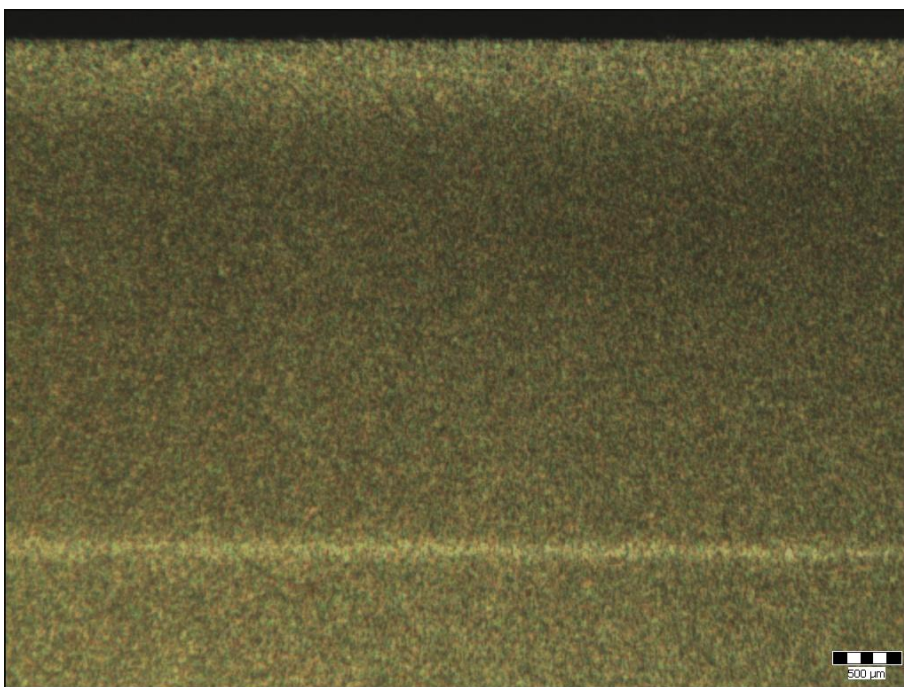


Obr. 7.5 : vzorek č. 1: je zřejmé, že na hranách došlo k nerovnoměrnému vyloučení povlaku a nehomogenit

VZOREK Č .2 : (Pouze Ni povlak)



Obr. 7.6 : vzorek č. 2 : Ni povlak se jeví jako rovnoměrně vyloučený , ale začínají se vyskytovat v malém množství peetingy

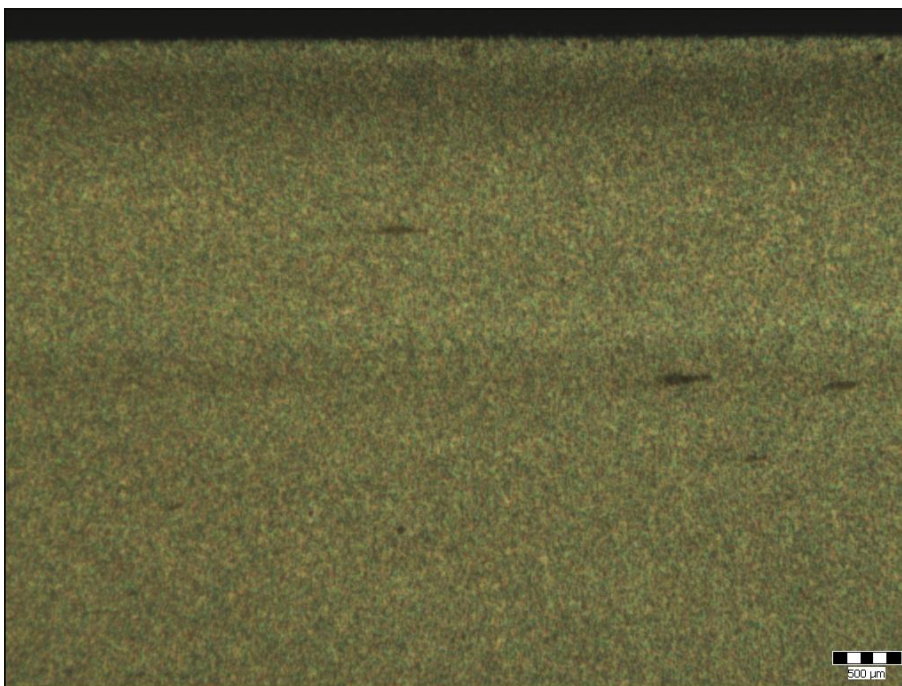


Obr. 7.7 : vzorek č. 2 : Ni povlak je rovnoměrně vyloučený bez nepokovených míst a hran

VZOREK Č. 3 :



Obr. 7.8 : vzorek č. 3 : na fotografii je velmi dobře vidět výskyt peetingu ve větší míře

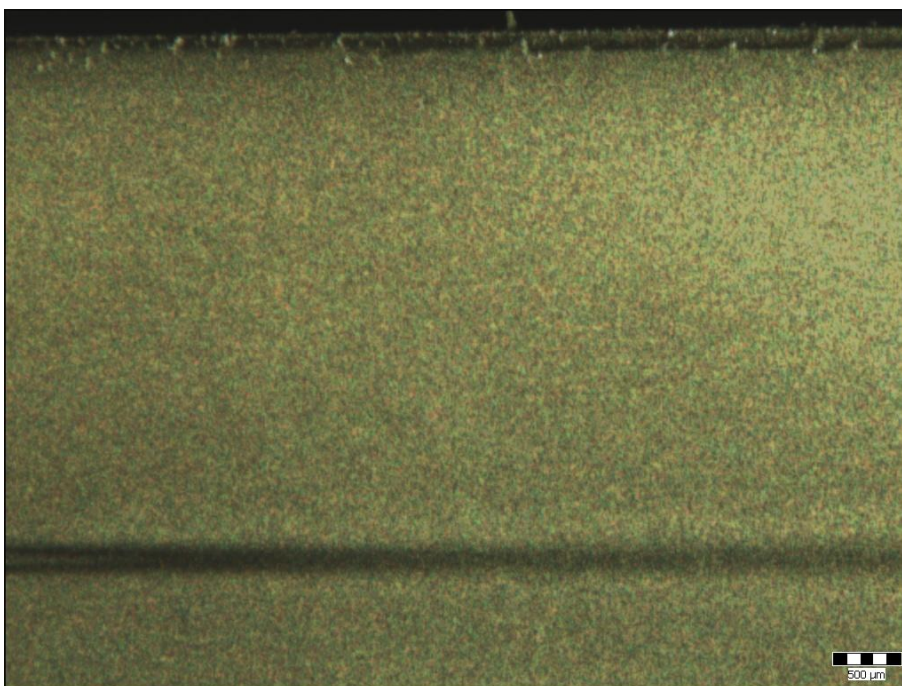


Obr. 7.9 : vzorek č. 3 : dokumentace peetingu jinak je povlak rovnoměrný na hranách i na ploše vzorku

VZOREK Č. 4 :



Obr. 7.10 : vzorek č. 4 : povlak je zrcadlově lesklý a má lepší odrazivost

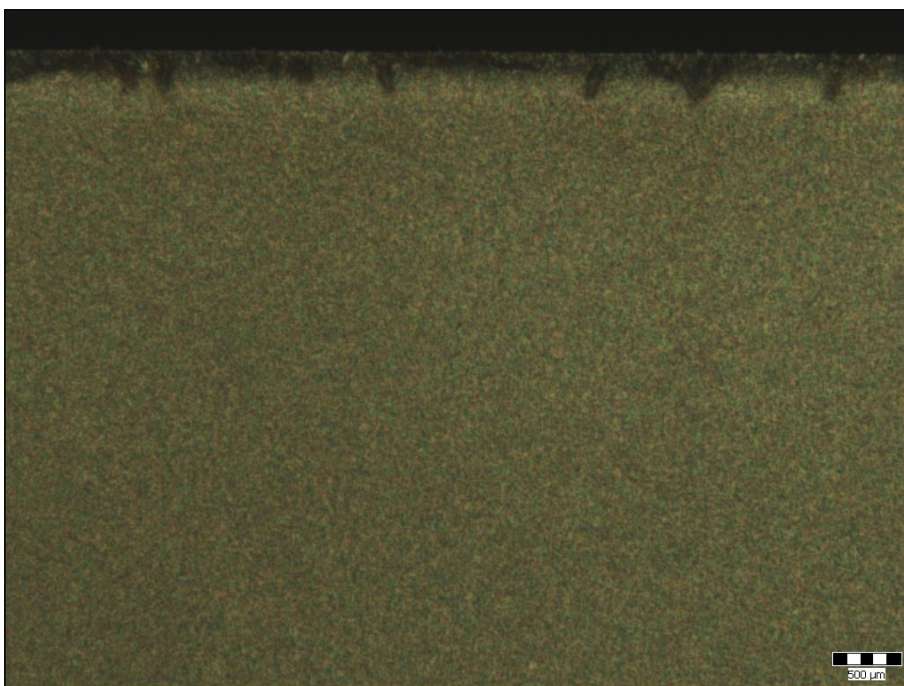


Obr. 7.11 : vzorek č. 4 : povlak se vyloučil jako nehomogenní, na hranách a ve středu se jeví jako nerovnoměrně vyloučený a spálený v důsledku vyššího proudu

VZOREK Č. 5 :



Obr. 7.12 : vzorek č. 5 : povlak je nedostatečně vyloučený po hranách

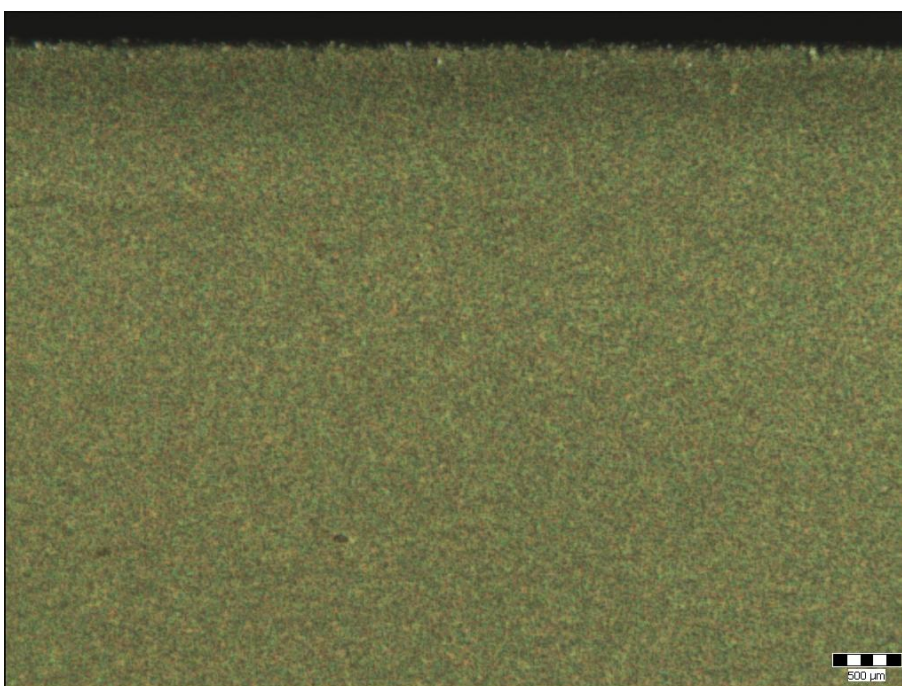


Obr. 7.13 : vzorek č. 5 : na hranách dochází ke spálení, povlak se jeví jako nehomogenní s vysokým obsahem železa po hranách

VZOREK Č. 6 :



Obr. 7.14 : vzorek č. 6 : *povlak je nedostatečně vyloučen na hranách a vykazuje lehký náznak peetingu*



Obr. 7.15 : vzorek č. 6 : *jsou vidět nepatrné známky peetingu, jinak je rovnoměrně vyloučený i na hranách, povlak je homogenní,*

VZOREK Č. 7 :



Obr. 7.16 : vzorek č. 7 : jsou vidět povrchové nečistoty vniklé špatným oplachem vzorku nebo nevhodnou manipulací se vzorkem

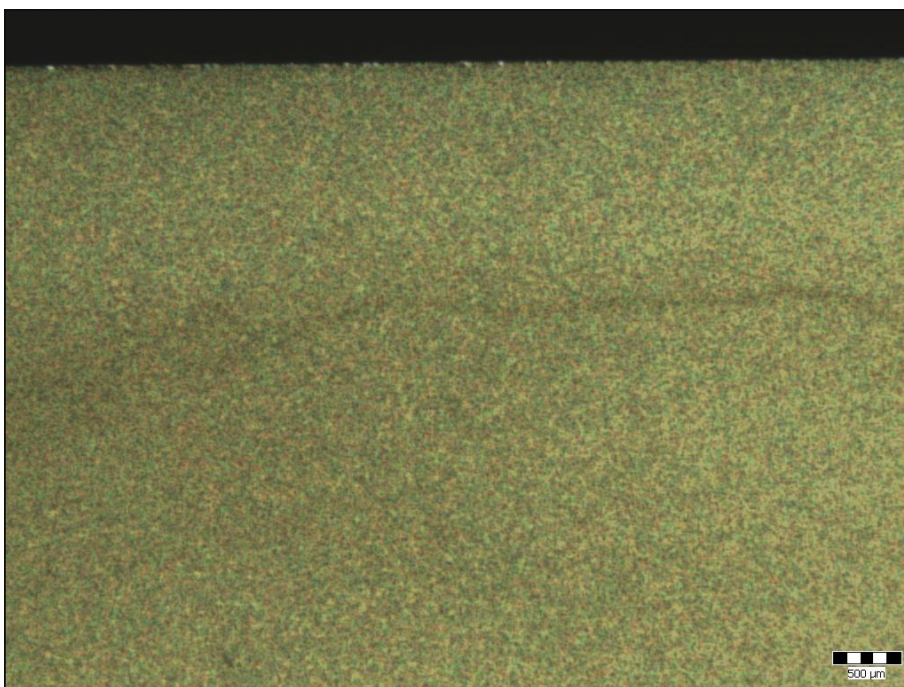


Obr. 7.17 : vzorek č. 7 : povlak je homogenní a vypadá, že se vyloučil rovnoměrně jak po krajích tak na ploše vzorku

VZOREK Č. 8 :



Obr. 7.18 : vzorek č. 8 : povlak je nerovnoměrně vyloučený, jsou zde vidět nepokovená místa a také peeting

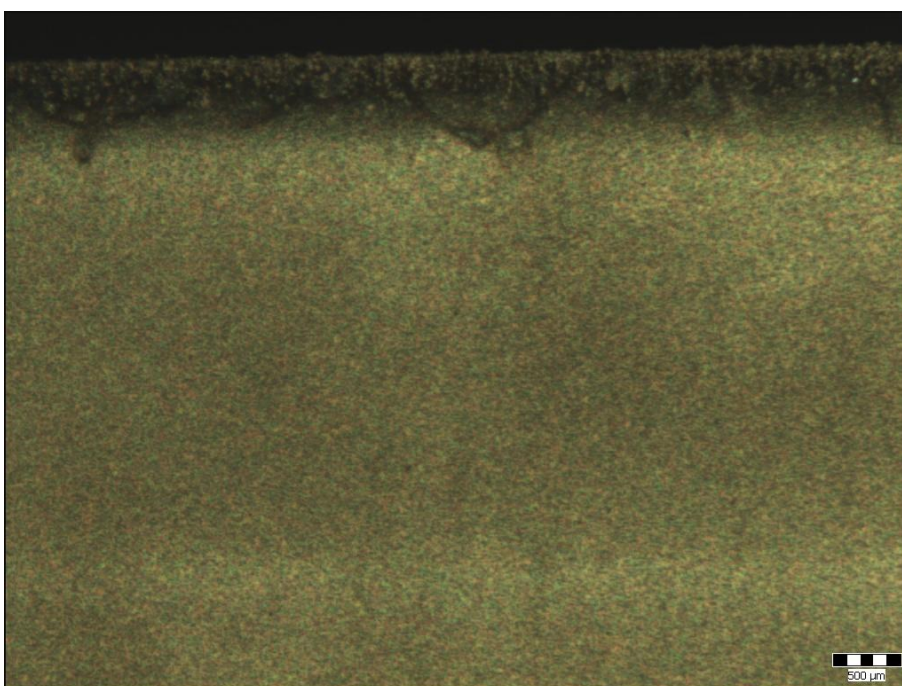


Obr. 7.19 : vzorek č. 8 : dokumentace povlaku v místě pokovení, zde je povlak vyloučen rovnoměrně a to i po krajích

VZOREK Č. 9 :



Obr. 7.20 : vzorek č. 9 : nerovnoměrně vyloučený povlak, jsou vidět peetingy, povlak je nehomogenní, na hranách dochází k praskání a porušení povlaku

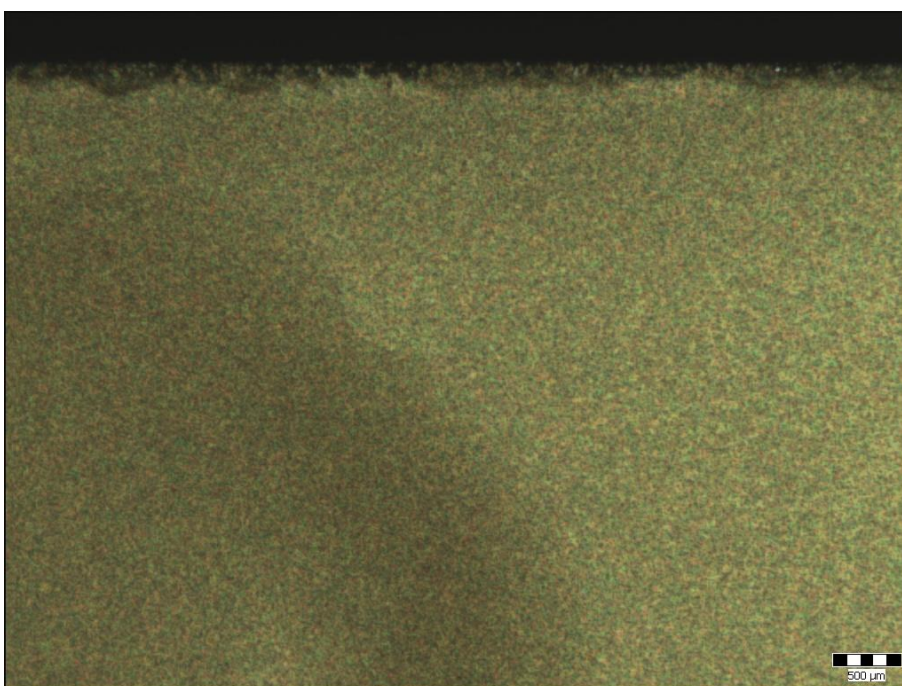


Obr. 7.21 : vzorek č. 9 : nerovnoměrně vyloučený povlak, na hranách se vyloučil povlak o vyšší koncentraci železa

VZOREK Č. 10:



Obr. 7.22 : vzorek č. 10 : nerovnoměrně vyloučený povlak, ztráta přilnavosti na hranách způsobuje, že povlak praská a loupe se



Obr. 7.23 : vzorek č. 10 : homogenní povlak, na hranách je povlak popraskaný a oloupaný

7.4.2 MIKROSKOPICKÁ KONTROLA VZORKŮ:

KONTROLA KVALITY PŘILNAVOSTI A MĚŘENÍ TLOUŠŤEK POVLAKŮ:

STRUKTURA POVLAKŮ:

Metodou světelné mikroskopie NEOPHOT 21 s počítačovou podporou QuickPHOTO Industrial 22 byla zkoumána a dokumentována struktura vybraných slitinových povlaků vzorku: 1, 3, 6, 9 a 10. Pomocí imerze se zvětšením 1000x. Povlak jsem leptala pomocí leptadla o složení: 30 ml HNO₃, 0,5 ml HCl, 70ml kyseliny octové.

TLOUŠŤKA POVLAKŮ:

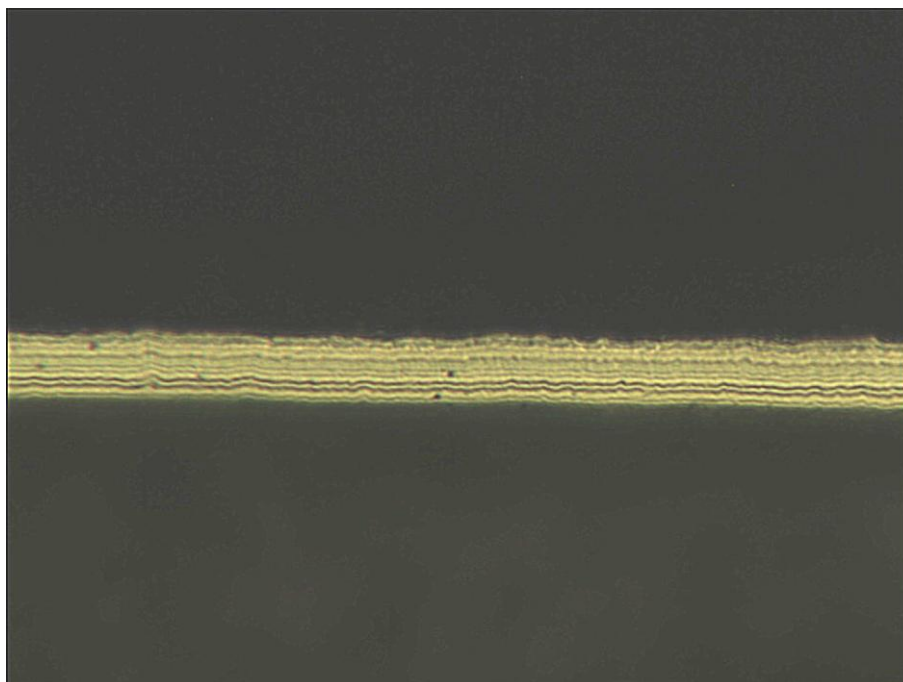
Byla provedena pomocí světelné mikroskopie NEOPHOT 21 s počítačovou podporou QuickPHOTO Industrial 22 při zvětšení 200x.

Příprava vzorků:

Vzorky byly měřeny metodou příčného řezu, kdy vzorky zalijeme ve vakuu na stoju STRUERS-CitoVac. Dále vzorek brousíme na vybavení firmy STRUERS TegraPol - 35.

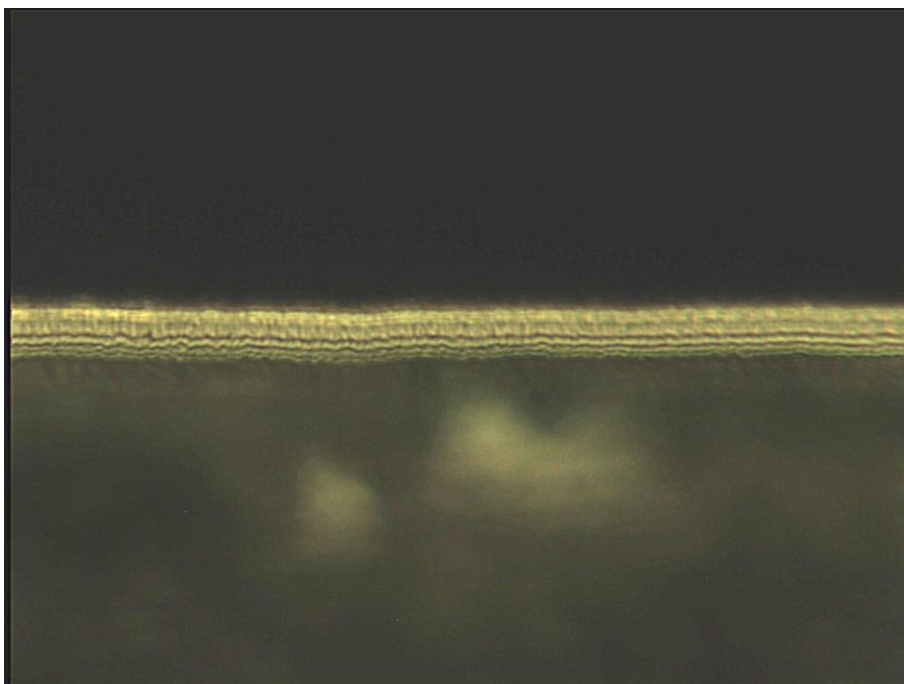
STRUKTURA POVLAKŮ:

VZOREK Č. 1 : (Ni povlak)



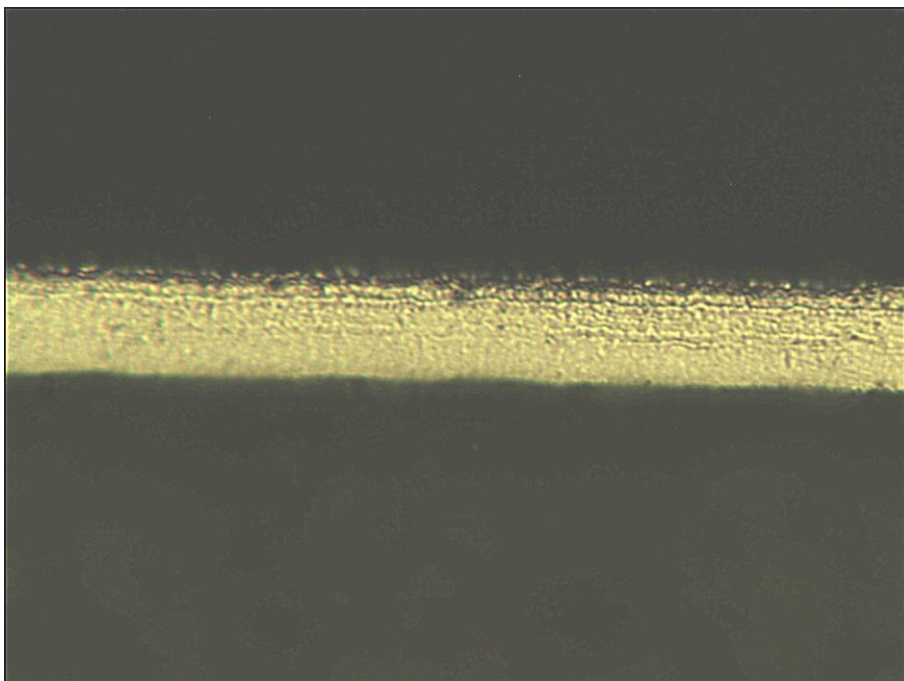
Obr.7.24 : vzorek č. 1 : čistý Ni povlak by neměl tvořit lamely, to že je povlak vyloučen v lamelách ovlivnila kyselina sulfosalicylová

VZOREK Č. 3 :



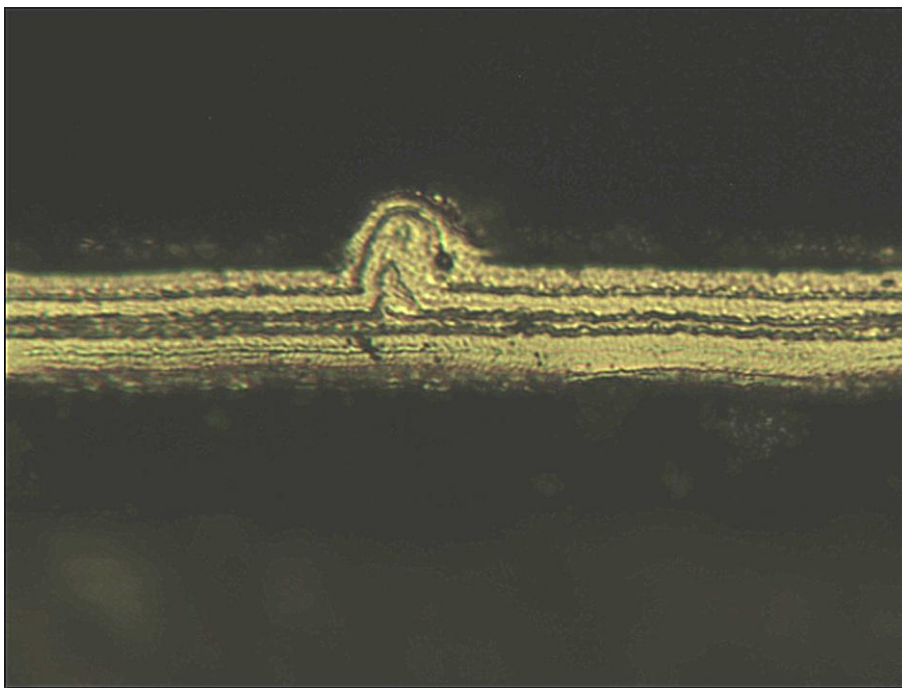
Obr. 7.25 : vzorek č. 3 : Nízká koncentrace železa za nízké katodické hustoty

VZOREK Č. 6 :



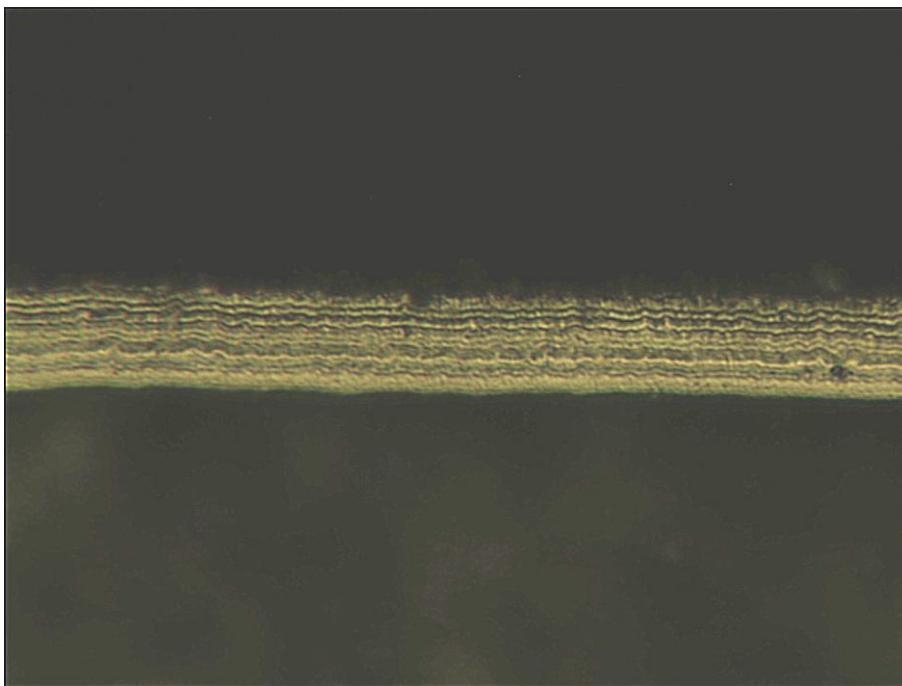
Obr. 7.26 : vzorek č. 6 : lamely nejsou tak zřetelné a mají tendenci se slučovat

VZOREK Č. 9 :



Obr. 7.27 : vzorek č. 9 : lamely jsou širší, na povlaku se vyloučila nečistota a je jasně vidět jak ji povlak kopíruje

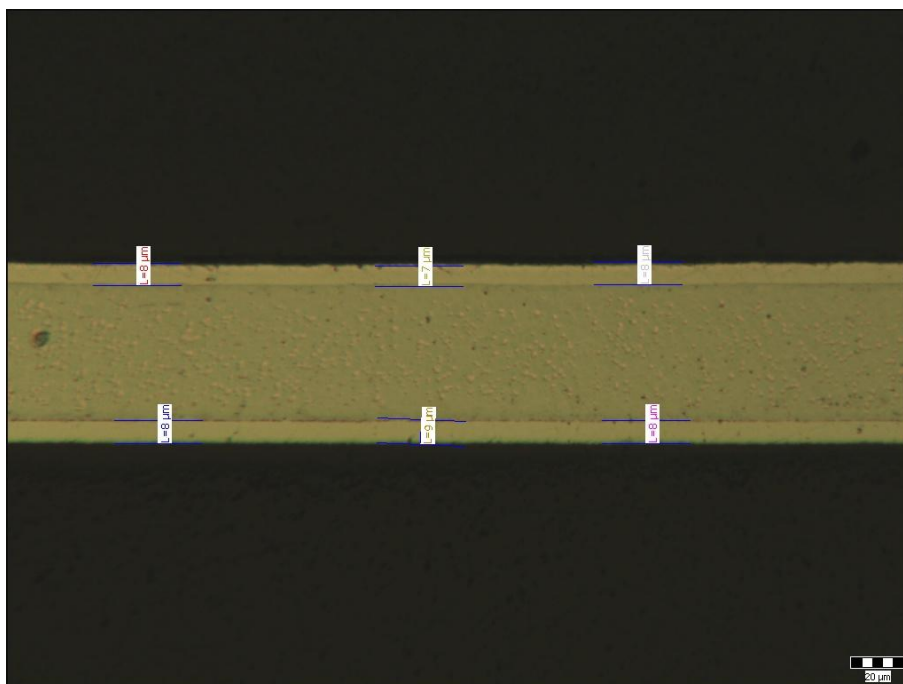
VZOREK Č. 10 :



Obr. 7.28 : vzorek č. 10 : lamely jsou lehce vroubkované, to je způsobeno nečistotami v povlaku

TLOUŠŤKA POVLAKŮ:

VZOREK Č. 1 :

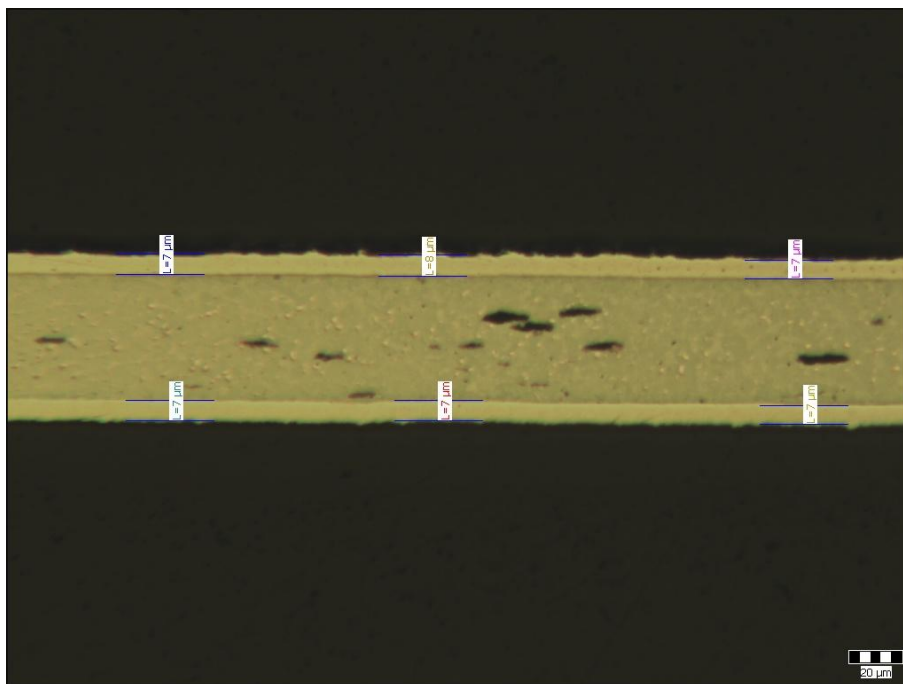


Obr.7.29 : Dokumentace měření tloušťky a přilnavosti povlaku vzorku 1. Povlak je bez anomálií a má dobrou přilnavost

Typ objektu	Druh měření	Číslo měření	Hodnota	Jednotky	Popis	Statistiky		
Úsečka	Délka	1	8	μm		Veličina	Délka	
Úsečka	Délka	2	9	μm		Počet měření	6	
Úsečka	Délka	3	8	μm		Střední hodnota	8	μm
Úsečka	Délka	5	8	μm		Sm. odchylka	0,6	μm
Úsečka	Délka	8	7	μm				
Úsečka	Délka	9	8	μm				

Tab. 7.2 : Tabulka hodnot měření tloušťky povlaku vzorku 1.

VZOREK Č. 4 :

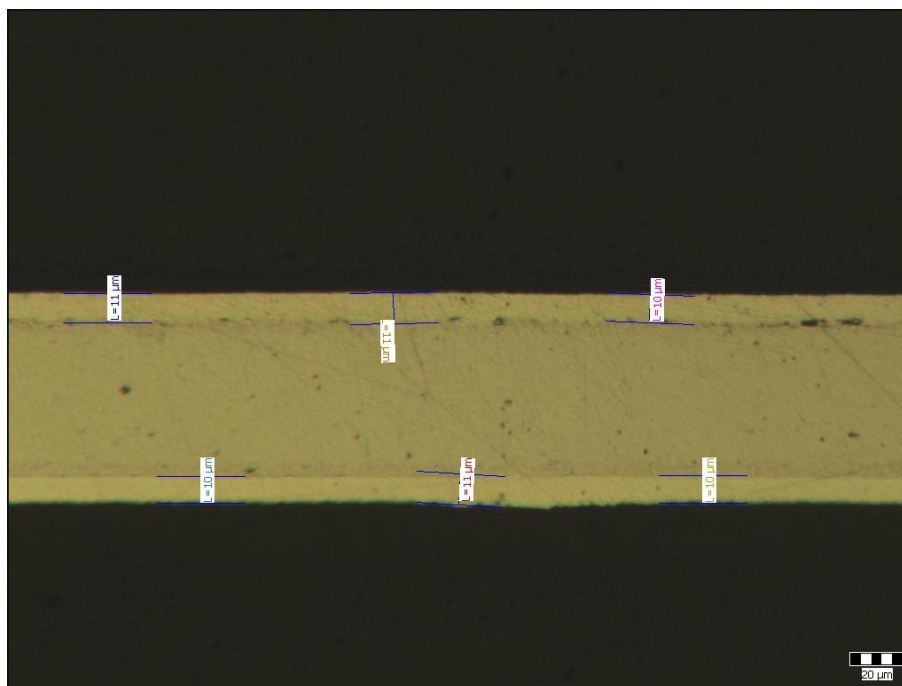


Obr. 7.30 : Dokumentace měření tloušťky a přilnavosti povlaku vzorku 4. V ocelovém pásku se nacházejí nečistoty jinak má povlak dobrou přilnavost

Typ objektu	Druh měření	Číslo měření	Hodnota	Jednotky	Popis	Statistiky		
Úsečka	Délka	1	7	μm		Veličina	Délka	
Úsečka	Délka	2	8	μm		Počet měření	6	
Úsečka	Délka	3	7	μm		Střední hodnota	7,2	μm
Úsečka	Délka	4	7	μm		Sm. odchylka	0,4	μm
Úsečka	Délka	5	7	μm				
Úsečka	Délka	6	7	μm				

Tab. 7.3 : Tabulka hodnot měření tloušťky povlaku vzorku 4.

VZOREK Č. 6 :

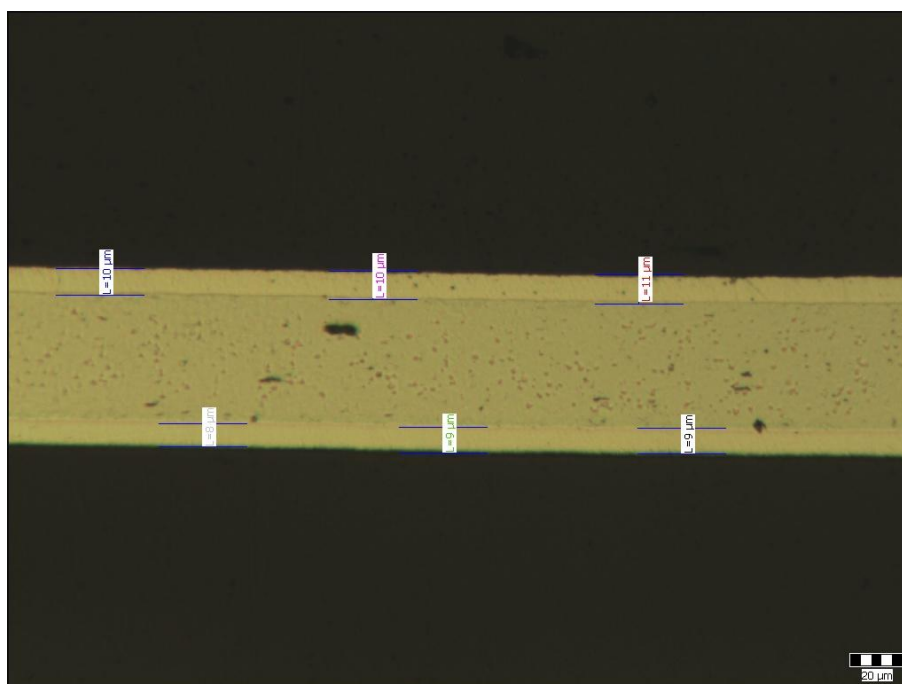


Obr.7.31 : Dokumentace měření tloušťky a přilnavosti povlaku vzorku 6. Mezi povlakem a vzorkem jsou nečistoty, což zhoršuje přilnavost k povrchu

Typ objektu	Druh měření	Číslo měření	Hodnota	Jednotky	Popis	Statistiky		
Úsečka	Délka	1	11	μm		Veličina	Délka	
Úsečka	Délka	2	11	μm		Počet měření	6	
Úsečka	Délka	3	10	μm		Střední hodnota	10,5	μm
Úsečka	Délka	4	10	μm		Sm. odchylka	0,5	μm
Úsečka	Délka	5	11	μm				
Úsečka	Délka	6	10	μm				

Tab.7.4 : Tabulka hodnot měření tloušťky povlaku vzorku 6.

VZOREK Č. 8 :

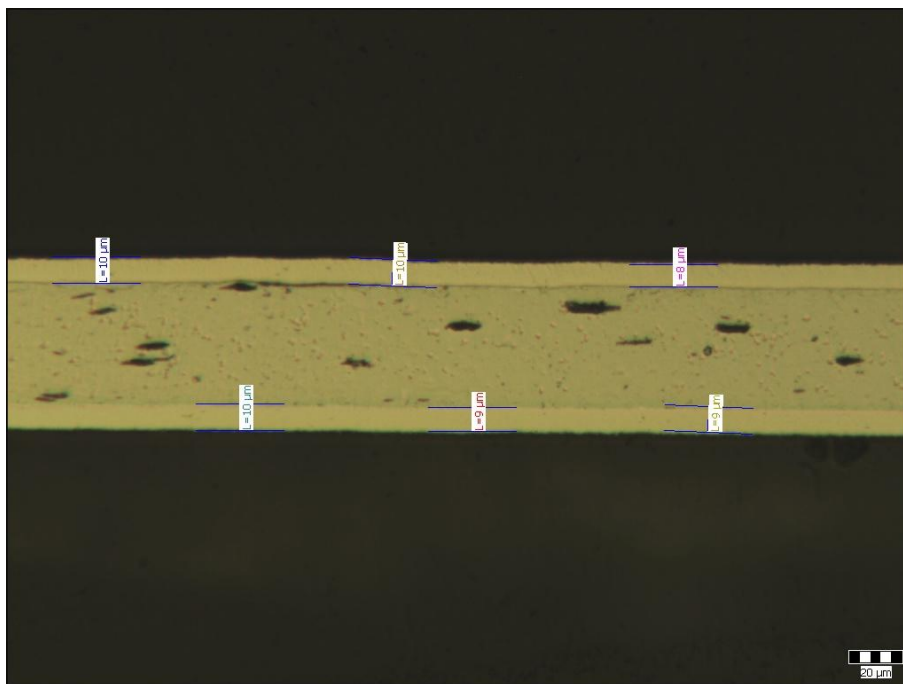


Obr. 7.32 : Dokumentace měření tloušťky a přilnavosti povlaku vzorku 8. V ocelovém pásku se nacházejí nečistoty jinak má povlak velmi dobrou přilnavost

Typ objektu	Druh měření	Číslo měření	Hodnota	Jednotky	Popis	Statistiky		
Úsečka	Délka	1	10	μm		Veličina	Délka	
Úsečka	Délka	3	10	μm		Počet měření	6	
Úsečka	Délka	5	11	μm		Střední hodnota	9,5	μm
Úsečka	Délka	7	8	μm		Sm. odchylka	1	μm
Úsečka	Délka	8	9	μm				
Úsečka	Délka	9	9	μm				

Tab. 7.5 : Tabulka hodnot měření tloušťky povlaku vzorku 8.

VZOREK Č. 9:

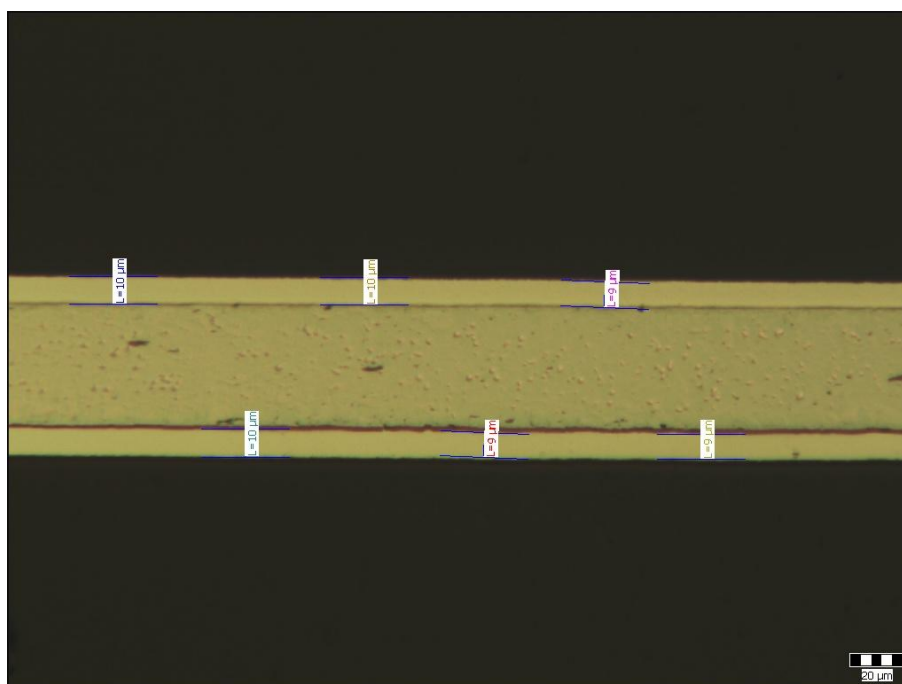


Obr. 7.33 : Dokumentace měření tloušťky a přilnavosti povlaku vzorku 9. V ocelovém pásku se nacházejí nečistoty jinak má povlak velmi dobrou přilnavost

Typ objektu	Druh měření	Číslo měření	Hodnota	Jednotky	Popis	Statistiky		
Úsečka	Délka	1	10	μm		Veličina	Délka	
Úsečka	Délka	2	10	μm		Počet měření	6	
Úsečka	Délka	3	8	μm		Střední hodnota	9,3	μm
Úsečka	Délka	4	10	μm		Sm. odchylka	0,7	μm
Úsečka	Délka	5	9	μm				
Úsečka	Délka	6	9	μm				

Tab. 7.6 : Tabulka hodnot měření tloušťky povlaku vzorku 9.

VZOREK Č. 10:



Obr. 7.34 : Dokumentace měření tloušťky a přilnavosti povlaku vzorku 10. V ocelovém pásku se nacházejí nečistoty, povlak má velmi špatnou přilnavost

Typ objektu	Druh měření	Číslo měření	Hodnota	Jednotky	Popis	Statistiky		
Úsečka	Délka	1	10	μm		Veličina	Délka	
Úsečka	Délka	2	10	μm		Počet měření	6	
Úsečka	Délka	3	9	μm		Střední hodnota	9,5	μm
Úsečka	Délka	4	10	μm		Sm. odchylka	0,5	μm
Úsečka	Délka	5	9	μm				
Úsečka	Délka	6	9	μm				

Tab. 7.7 : Tabulka hodnot měření tloušťky povlaku vzorku 10.

7.4.3 METALOGRAFICKÉ ŠETŘENÍ POVLAKU :

STRUKTURA POVRCHU POVLAKU :

Povrchová struktura slitinových povlaků Ni-Fe vzorků 3-10 byla dokumentována řádkovacím elektronovým mikroskopem REM pomocí vybavení JEOL JSM-6490LV.

OBSAH FE A NI V POVLAKU:

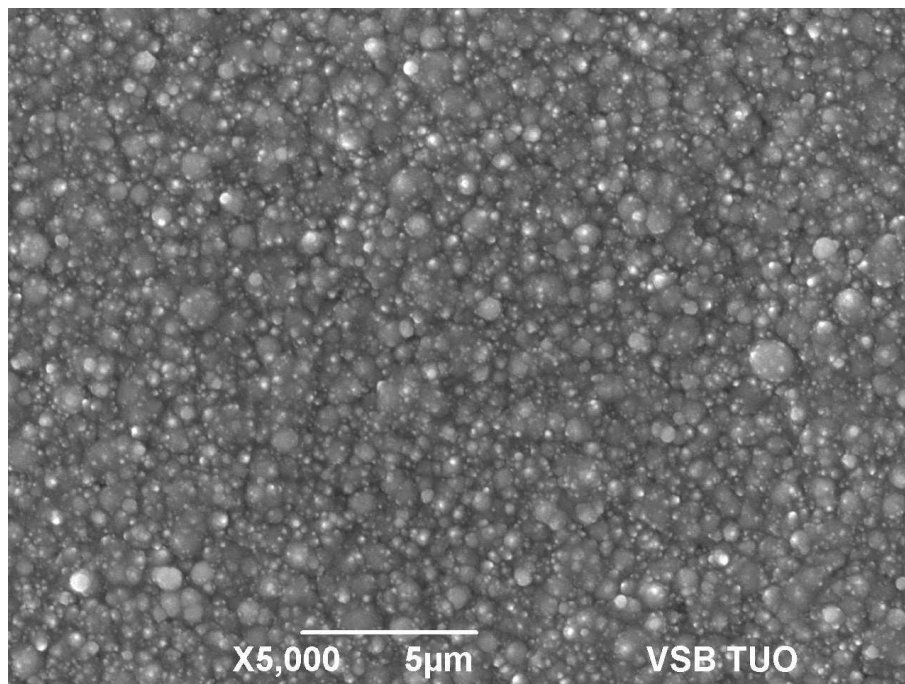
Obsah železa a niklu v povlaku byl také dokumentován řádkovacím elektronovým mikroskopem REM pomocí vybavení JEOL JSM-6490LV vybaveny energiově dispersním analyzátozem EDS.

Příprava vzorků:

Příprava metalografického výbrusu probíhala na vybavení firmy STRUERS TegraPol - 35. Vzorky zalíváme metodou za studena ve vakuu na stoju STRUERS-CitoVac.

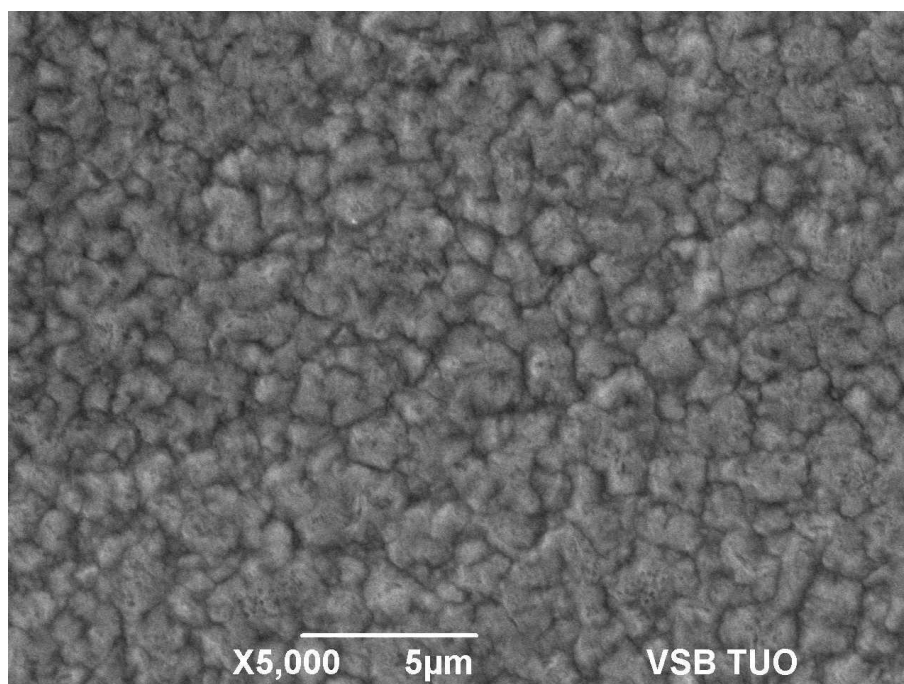
STRUKTURA POVRCHU POVLAKU:

VZOREK Č. 3:



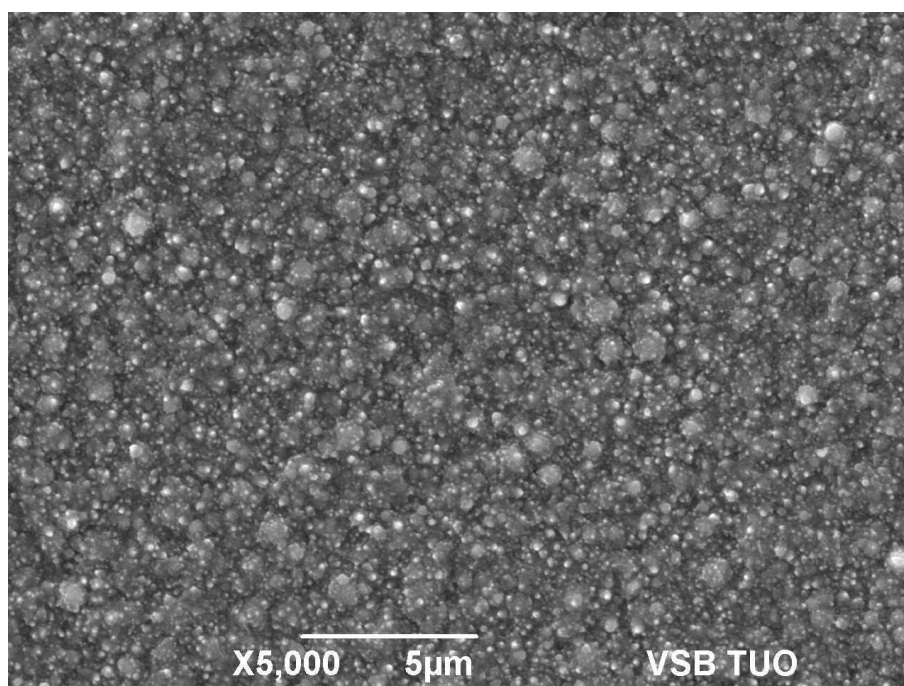
Obr. 7.35 : povrchová struktura vzorku 3, povlak je tvořený globulemi, je rovnoměrný, jemnozrný

VZOREK Č. 4:



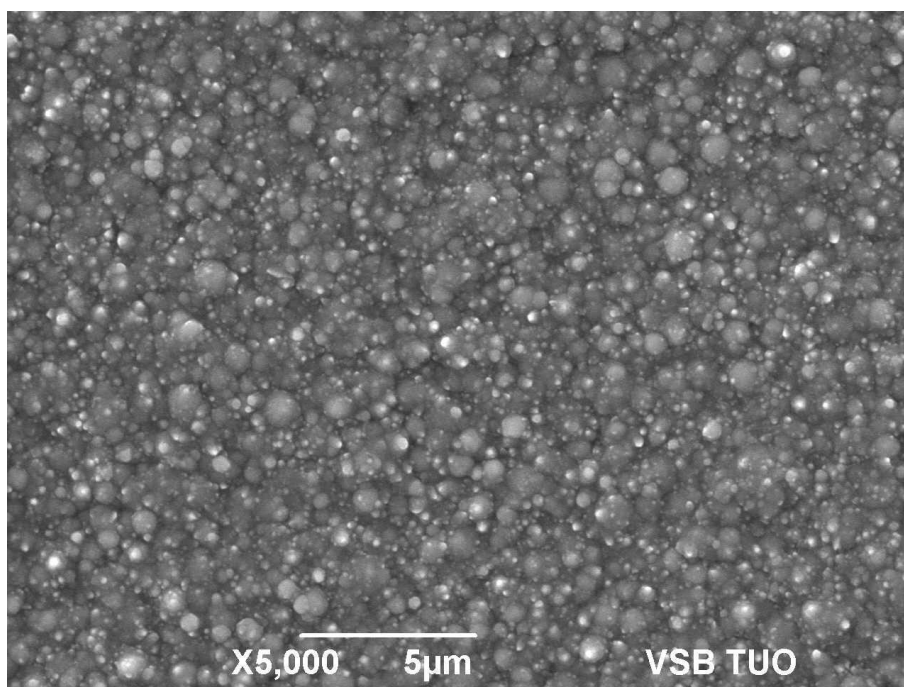
Obr .7.36 : povrchová struktura vzorku 4, bobule se rozpadají, povlak se jeví jako lamelární, rovnoměrný, bez koagulace

VZOREK Č. 5:



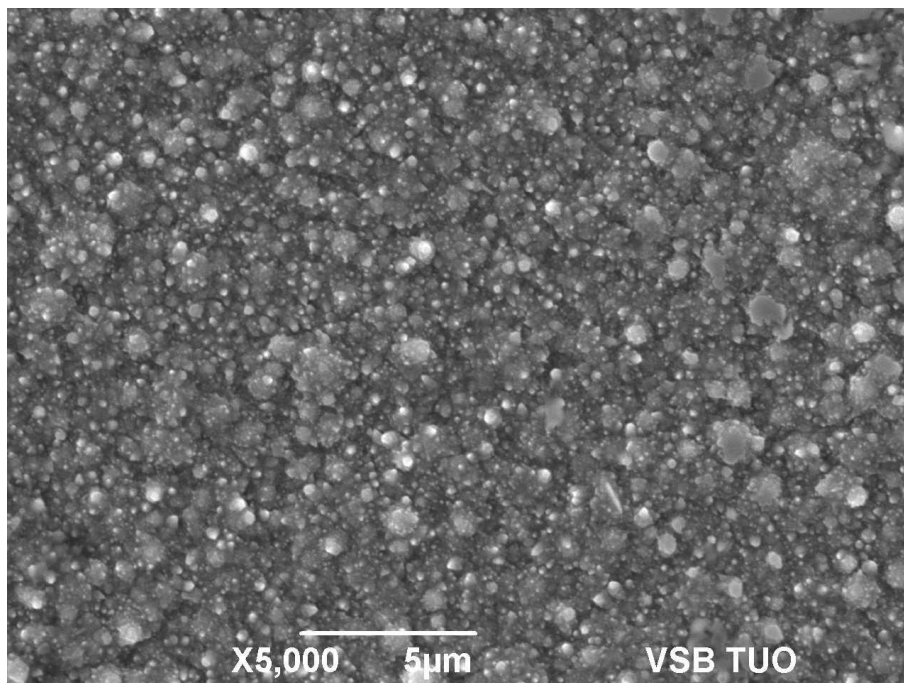
Obr. 7.37 : povrchová struktura vzorku 5, povlak je spíše rovnoměrný s tendencí ke vzniku lupínků a globulí, je jemnozrnný

VZOREK Č. 6:



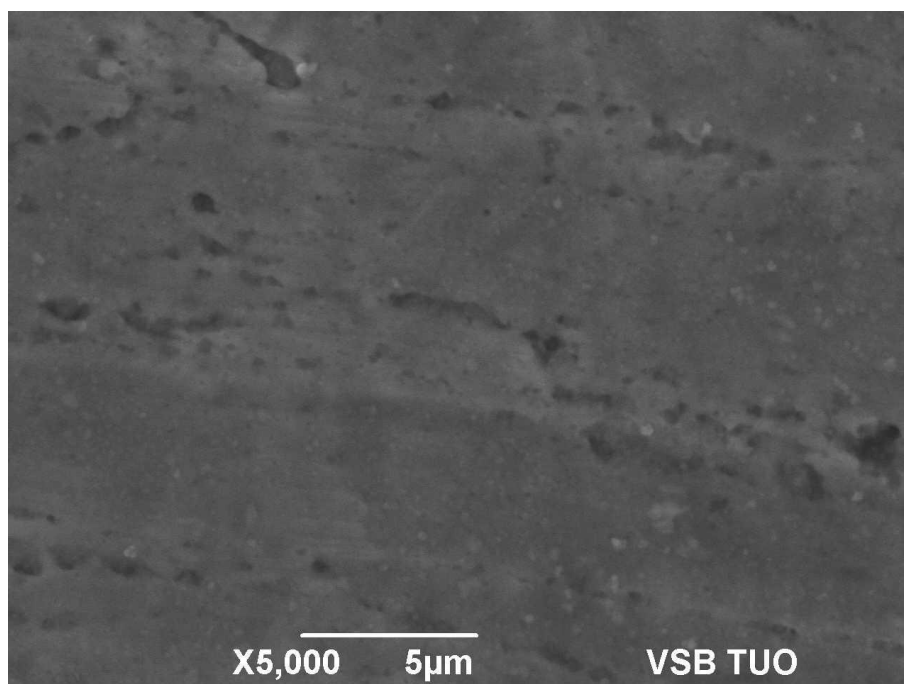
Obr. 7.38 : povrchová struktura vzorku 6, povlak je rovnoměrný s tendencí k tvorbě lamel

VZOREK Č. 7:



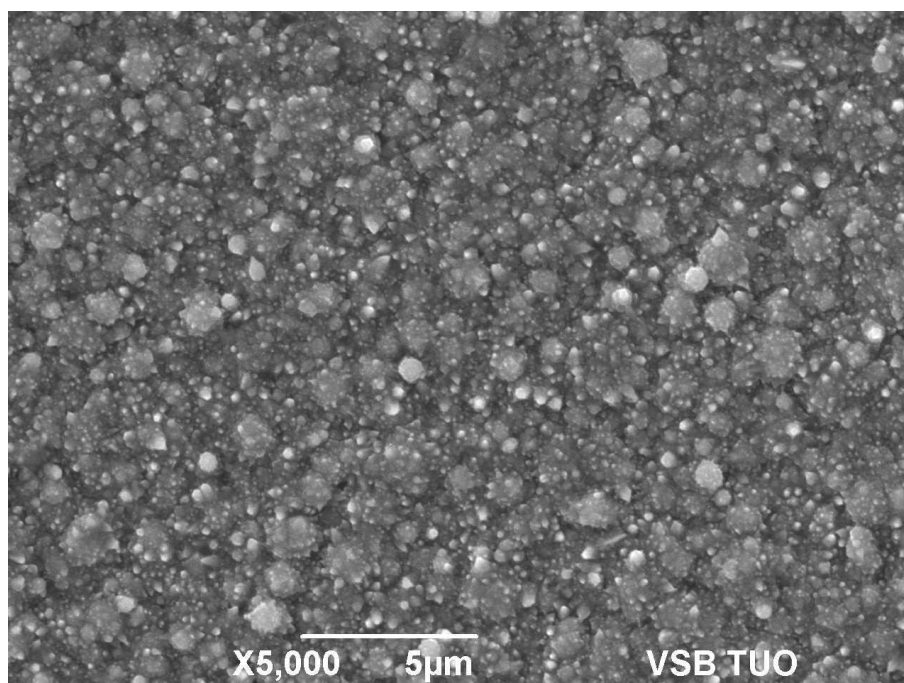
Obr. 7.39 : povrchová struktura vzorku 7, nehomogenní povlak se vylučuje ve formě lamel, lupínků a globulí

VZOREK Č. 8:



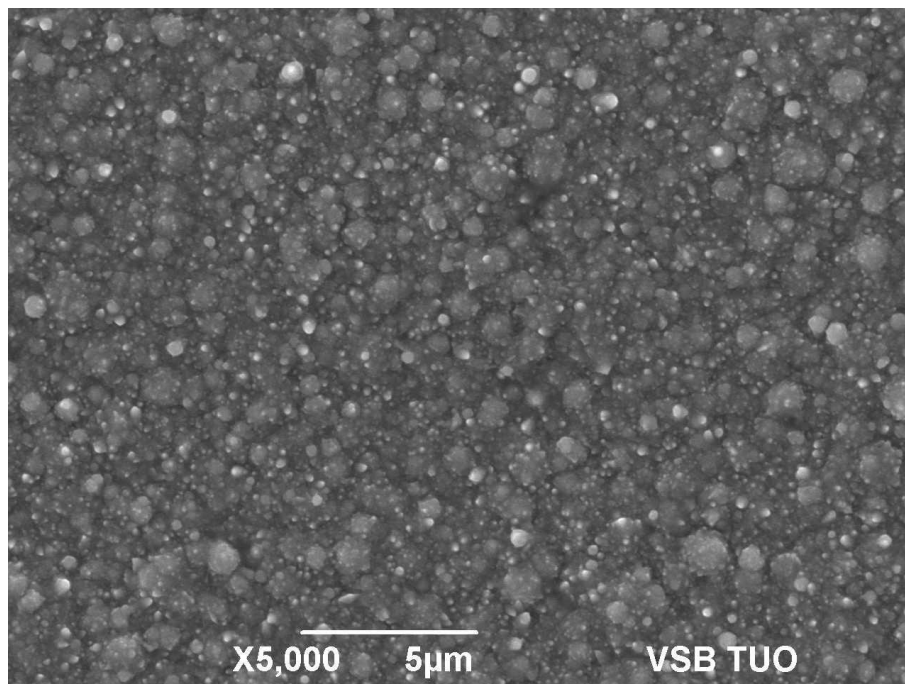
Obr.7.40 : povrch vzorku 8: bez povlaku

VZOREK Č. 9:



Obr .7.41 : povrchová struktura vzorku 9, nehomogenní povlak tvořen ve formě lupínků

VZOREK Č. 10:



Obr. 7.42 : povrchová struktura vzorku 10, povlak se spíše vyloučil ve formě lupínků s menší mírou globulí

OBSAH FE A NI V POVLAKU:

Hmotnostní procento : [%]

Name	Si	Mn	Fe	Ni
3			13,24	86,76
4			8,22	91,78
5			25,81	74,19
6			15,38	84,62
7			37,22	62,79
8	0,70	0,91	98,40	
9			37,79	62,21
10			26,60	73,40

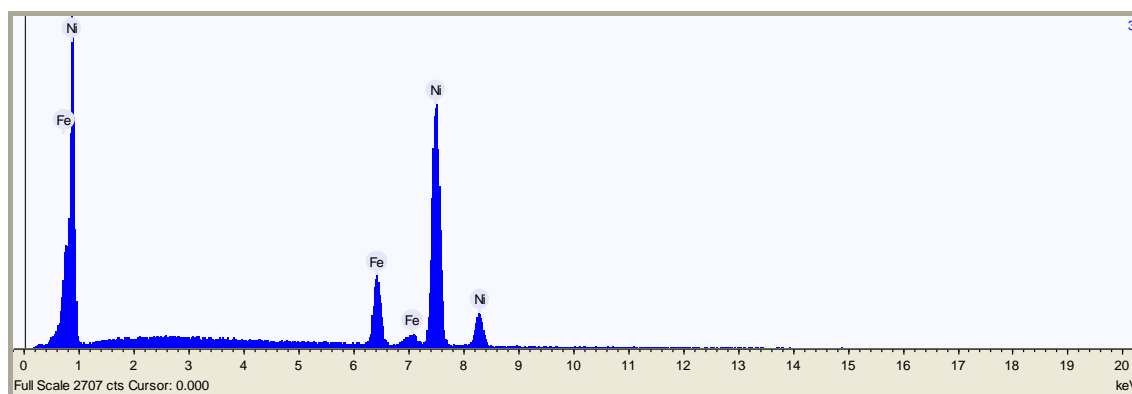
Tab. 7.8 : číselné hodnoty atomárního hmotnostního procenta obsahů prvku v povlaku zanesené do tabulky

Molární hmotnost : [%]

Name	Si	Mn	Fe	Ni
3			13,83	86,17
4			8,60	91,40
5			26,78	73,22
6			16,04	83,96
7			38,39	61,61
8	1,38	0,91	97,71	
9			38,97	61,03
10			27,59	72,41

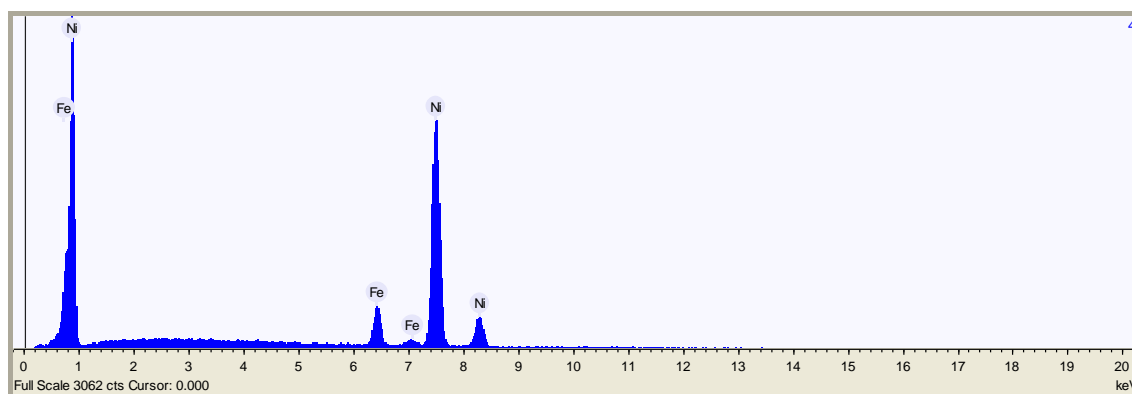
Tab. 7.9 : číselné hodnoty molárního hmotnostního procenta obsahů prvku v povlaku zanesené do tabulky

VZOREK Č. 3 :



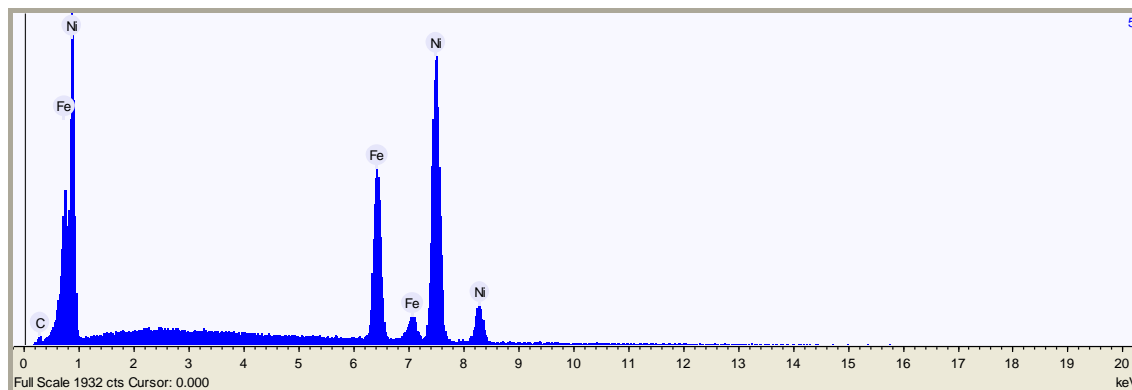
Graf 7.1 : graf EDS analýzy poměru Fe a Ni ve vyloučeném povlaku, kde Fe : 13,24 % a Ni : 86,76 %

VZOREK Č. 4 :



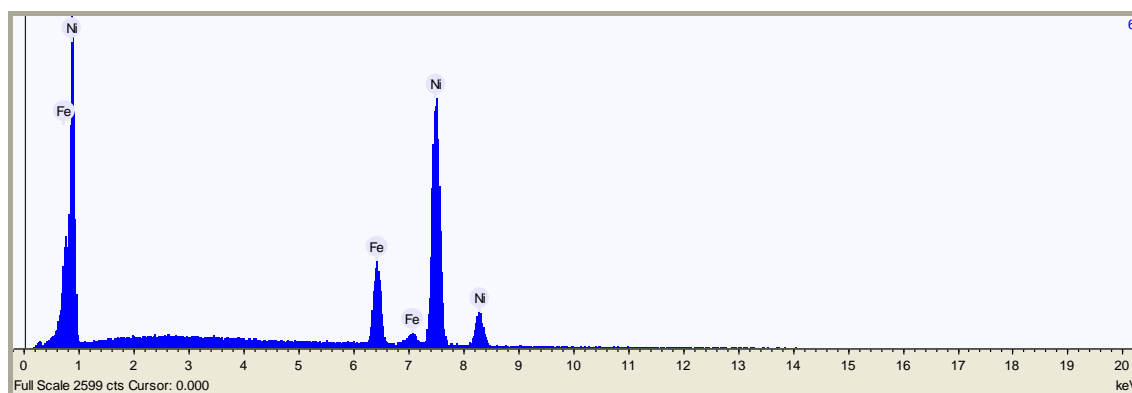
*Graf 7.2 : graf EDS analýzy poměru Fe a Ni ve vyloučeném povlaku,
kde Fe : 8,22 % a Ni : 91,78 %*

VZOREK Č. 5 :



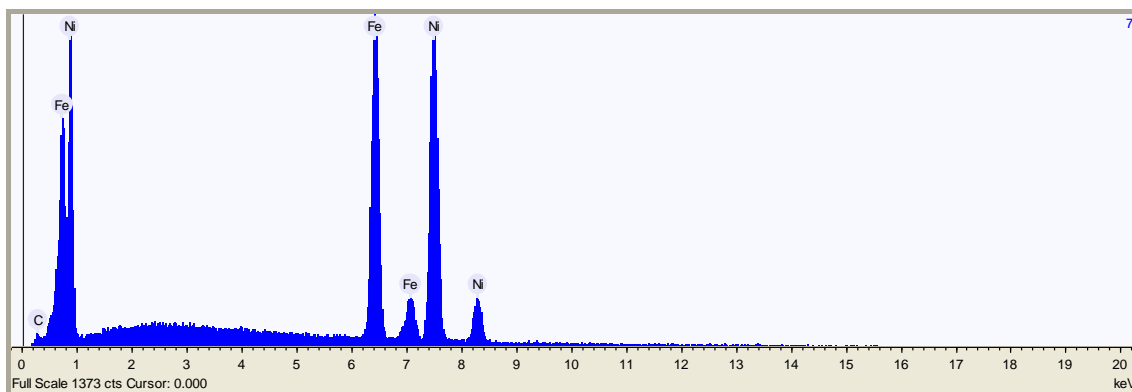
*Graf 7.3 : graf EDS analýzy poměru Fe a Ni ve vyloučeném povlaku,
kde Fe : 25,81% a Ni : 74,19 %*

VZOREK Č. 6:



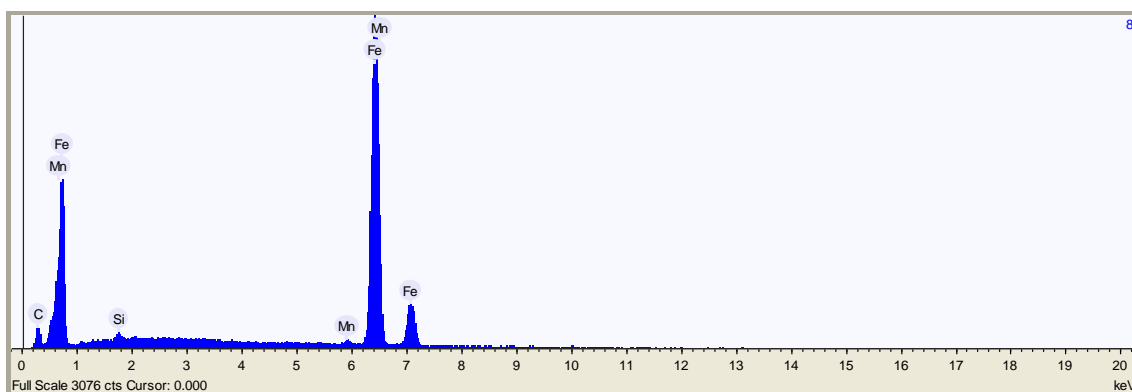
*Graf 7.4 : graf EDS analýzy poměru Fe a Ni ve vyloučeném povlaku,
kde Fe : 15,38 % a Ni : 84,62 %*

VZOREK Č. 7:



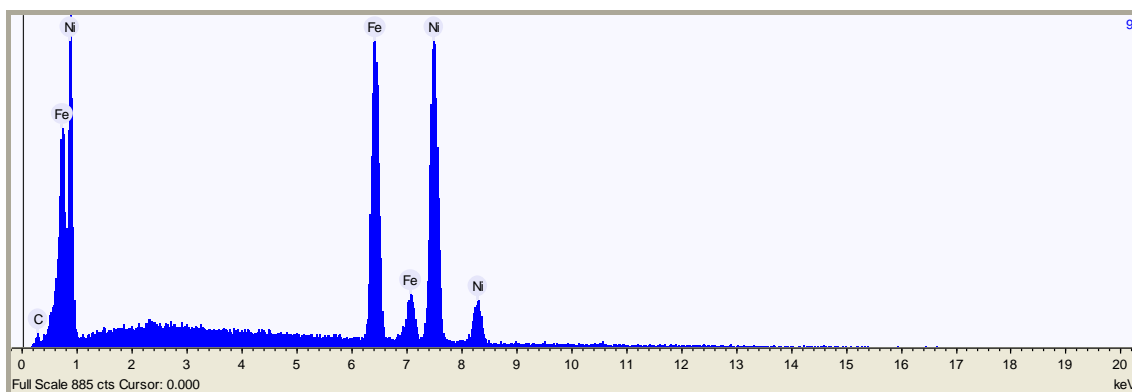
Graf 7.5 : graf EDS analýzy poměru Fe a Ni ve vyloučeném povlaku,
kde Fe : 37,22 % a Ni : 62,79 %

VZOREK Č. 8:



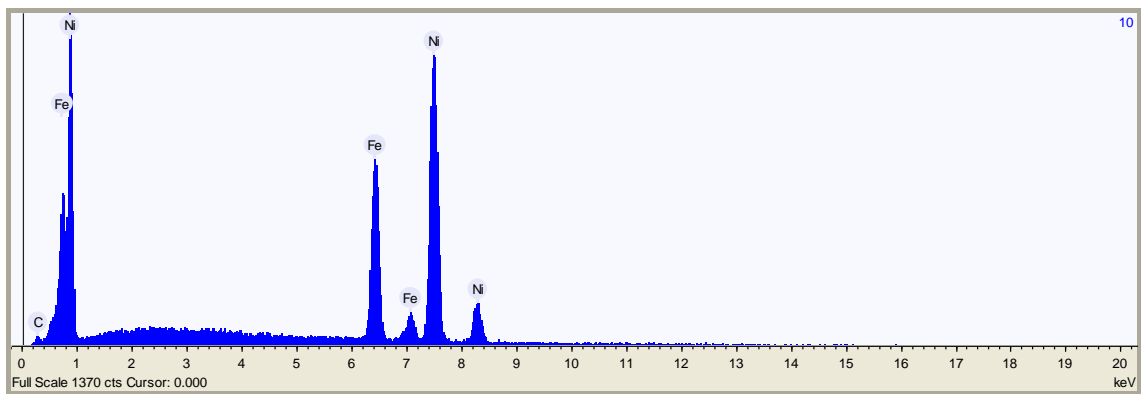
Graf 7.6 : graf EDS analýzy poměru Fe a Ni ve vyloučeném povlaku,
U analýzy tohoto vzorku jsme měřili zrovna v místě, kde nebyl vyloučen povlak, proto nám vyšla hodnota Ni nulová

VZOREK Č. 9:



Graf 7.7 : graf EDS analýzy poměru Fe a Ni ve vyloučeném povlaku,
kde Fe : 37,79 % a Ni : 61,03 %

VZOREK Č. 10:



*Graf 7.8 : graf EDS analýzy poměru Fe a Ni ve vyloučeném povlaku,
kde Fe : 26,60 % a Ni : 73,40 %*

7.5 KONTROLA HMOTNOSTNÍHO NÁRŮSTU – PO POKOVENÍ:

Vzorky jsem vážila na laboratorních vahách METTELER TOLEDO – AB 204-S typu CLASSIC.

Vzorky jsem vážila dvakrát. První vážení vzorků provádím před pokovením vzorku. Tyto hodnoty jsem označila jako hmotnosti m_1 [g]. Dále jsem vzorky vážila po pokovení. Tyto hodnoty značím jako m_2 [g].

Jelikož při dalších výpočtech bude zapotřebí znát hmotnost povlaku, získám tuto hodnotu dosazením do vztahu : $m_k = m_2 - m_1$ [g]

Hmotnosti vzorků 1-10 (m_1 , m_2 , m_k) :

Vzorek číslo	m_1 [g]	m_2 [g]	m_k [g]
1.	0,8499	1,1183	0,2694
7.1.	0,8474	1,1182	
	0,8494	1,1184	
Ø	0,8489	1,1183	
2.	0,7561	1,0589	0,304
	0,7567	1,0585	
	0,7514	1,0588	
Ø	0,7547	1,0587	
3.	0,7381	1,0167	0,2753
	0,7336	1,0168	
	0,7329	1,0169	
Ø	0,7415	1,0168	
4.	0,8696	1,1758	0,3056
	0,8702	1,1754	
	0,8701	1,1758	
Ø	0,86997	1,1756	
5.	0,8581	1,1185	0,2604
	0,8582	1,1186	
	0,8583	1,1187	
Ø	0,8582	1,1186	

Vzorek číslo	m_1 [g]	m_2 [g]	m_k [g]
6.	0,7533	1,0509	0,2975
	0,7532	1,0503	
	0,7529	1,0506	
Ø	0,75313	1,0506	
7.	0,7645	1,0061	0,2419
	0,7641	1,0063	
	0,7644	1,0062	
Ø	0,76433	1,0062	
8.	0,7519	1,0062	0,2549
	0,7512	1,0064	
	0,7514	1,0066	
Ø	0,7515	1,0064	
9.	0,8775	1,1467	0,2694
	0,8774	1,1469	
	0,8773	1,1468	
Ø	0,8774	1,1468	
10.	0,868	1,1712	0,304
	0,8677	1,1726	
	0,8668	1,1708	
Ø	0,8675	1,1715	

Tab. 7. 9 : hmotnosti vzorků 1 - 5

Tab. 7.10 : hmotnosti vzorků 6 – 10

7.6 VYHODNOCENÍ:

7.6.1 OBECNÝ PŘÍKLAD VÝPOČTU :

Vázkové stanovení tloušťky povlaku :

$$m = 2 \cdot \rho \cdot l \cdot s \cdot t \quad [g]$$

Výpočet pnutí:

$$\sigma = - \frac{E \cdot d \cdot \Delta l}{2 \cdot l \cdot t} \quad [Mpa]$$

Katodická proudová účinnost :

$$\eta = \frac{z \cdot F \cdot m_k}{M \cdot I \cdot \tau_k} \quad [\%]$$

Čas, při kterém je tloušťka povlaku $t = 8 \cdot 10^{-4} \text{ cm}$:

$$\tau = \frac{m \cdot l \cdot \tau_k}{m_k} \quad [\text{min}]$$

Shrnutí parametrů vylučování, naměřených hodnot a vypočítaných hodnot do tabulky :

VZOREK ČÍSLO	PARAMETRY POKOVENÍ					NAMĚŘENÉ HODNOTY						VYPOČÍTANÉ HODNOTY			
	Proudová hustota [A/dm ²]	Obsah Fe v lázni [mol/l]	Čas pro povlak 8 μm [min]	Teplota lázně [°C]	pH	m ₁ [g]	m ₂ [g]	m _k [g]	T [min]	Δl [μm]	l [cm]	σ [MPa]	η [%]	Δl [μm]	T [min]
1.	2	0	21	55	2,5	0,8489	1,1183	0,2694	19	-10,1	17,5	340	92,5	-11,4	20,8
									20	-10,8					
									21	-11,6					
									22	-12,4					
									T _k : 23	-12,6					
2.	5	0	8,4	55	2,5	0,7547	1,0587	0,304	6	-17,9	17,5	709,2	96,1	-23,8	8
									7	-20,9					
									8	-23,8					
									9	-26,4					
									T _k : 10	-29,2					

Tab. 7.11 : zanesení parametrů pokovení, naměřených hodnot a vypočítaných hodnot do tabulky pro vzorky 1 a 2

VZOREK ČÍSLO	PARAMETRY POKOVENÍ					NAMĚŘENÉ HODNOTY						VYPOČÍTANÉ HODNOTY			
	Proudová hustota [A/dm ²]	Obsah Fe v lázni [mol/l]	Čas pro povlak 8 μm [min]	Teplota lázně [°C]	pH	m ₁ [g]	m ₂ [g]	m _k [g]	T [min]	Δl [μm]	l [cm]	σ [MPa]	η [%]	Δl [μm]	T [min]
3.	2	0,025	21	55	2,5	0,7415	1,0168	0,2753	6	-67,7	17,5	2141,7	95	-71,8	20,3
									7	-71					
									8	-73,8					
									9	-76,7					
									T _k : 10	-80					
4.	5	0,025	8,4	55	2,5	0,86997	1,1756	0,3056	19	-32,5	17,5	1208	96,5	-40,5	7,9
									20	-36,6					
									21	-40,9					
									22	-45,0					
									T _k : 23	-48,4					

Tab. 7.12 : zanesení parametrů pokovení, naměřených hodnot a vypočítaných hodnot do tabulky pro vzorky 3 a 4

VZOREK ČÍSLO	PARAMETRY POKOVENÍ					NAMĚŘENÉ HODNOTY						VYPOČÍTANÉ HODNOTY			
	Proudová hustota [A/dm ²]	Obsah Fe v lázni [mol/l]	Čas pro povlak 8 μm [min]	Teplota lázně [°C]	pH	m ₁ [g]	m ₂ [g]	m _k [g]	T [min]	Δl [μm]	l [cm]	σ [MPa]	η [%]	Δl [μm]	T [min]
5.	2	0,05	21	55	2,5	0,8582	1,1186	0,2604	6	-84,3	17,5	2803,9	89,4	-94	21,5
									7	-88,4					
									8	-92,2					
									9	-95,7					
									T _k : 10	-99,7					
6.	5	0,05	8,4	55	2,5	0,75313	1,0506	0,2975	19	-32,5	17,5	1243,9	94	-41,7	8,2
									20	-36,6					
									21	-40,9					
									22	-45,0					
									T _k : 23	-48,4					

Tab. 7.13 : zanesení parametrů pokovení, naměřených hodnot a vypočítaných hodnot do tabulky pro vzorky 5 a 6

VZOREK ČÍSLO	PARAMETRY POKOVENÍ					NAMĚŘENÉ HODNOTY						VYPOČÍTANÉ HODNOTY			
	Proudová hustota [A/dm ²]	Obsah Fe v lázni [mol/l]	Čas pro povlak 8 μm [min]	Teplota lázně [°C]	pH	m ₁ [g]	m ₂ [g]	m _k [g]	T [min]	Δl [μm]	l [cm]	σ [MPa]	η [%]	Δl [μm]	T [min]
7.	2	0,075	21	55	2,5	0,76433	1,10062	0,2419	6	-10,1	17,5	1443,7	83	-48,4	23,1
									7	-10,8					
									8	-11,6					
									9	-12,4					
									T _k : 10	-12,6					
8.	5	0,075	8,4	55	2,5	0,7515	1,0064	0,2549	19	-17,9	17,5	1285,6	80,5	-43,1	9,5
									20	-20,9					
									21	-23,8					
									22	-26,4					
									T _k : 23	-29,2					

Tab. 7.14 : zanesení parametrů pokovení, naměřených hodnot a vypočítaných hodnot do tabulky pro vzorky 7 a 8

VZOREK ČÍSLO	PARAMETRY POKOVENÍ					NAMĚŘENÉ HODNOTY						VYPOČÍTANÉ HODNOTY			
	Proudová hustota [A/dm ²]	Obsah Fe v lázni [mol/l]	Čas pro povlak 8 μm [min]	Teplota lázně [° C]	pH	m ₁ [g]	m ₂ [g]	m _k [g]	T [min]	Δl [μm]	l [cm]	σ [MPa]	η [%]	Δl [μm]	T [min]
9.	2	0,1	21	55	2,5	0,8774	1,1468	0,2694	6	-10,1	17,5	1765,9	92	-59,2	20,8
									7	-10,8					
									8	-11,6					
									9	-12,4					
									T _k : 10	-12,6					
10.	5	0,1	8,4	55	2,5	0,8675	1,1715	0,304	19	-66,7	17,5	2568,2	95,5	-86,1	8
									20	-76,5					
									21	-86,1					
									22	-95,2					
									T _k : 23	-104					

Tab. 7.15 : zanesení parametrů pokovení, naměřených hodnot a vypočítaných hodnot do tabulky pro vzorky 9 a 10

7.6.2 PŘÍKLAD VÝPOČTU :

Příklad výpočtu uvádím pro vzorek číslo 2.

Parametry vylučování byly : Proudová hustota = 5 A/dm², obsah Fe v lázni = 0 mol/l, teplota lázně 55°C, hodnota pH byla 2,5.

Kde jsem naměřila : $m_k = 0,304$ g, $T_k = 10$ min, $\Delta l = -23,8$ μ m, $l = 17,5$ cm,

Vázkové stanovení tloušťky povlaku :

$$m = 2 \cdot 8,68 \cdot 1,75 \cdot 1 \cdot 8 \cdot 10^{-4} = \underline{0,243} \text{ g}$$

s : šířka pásku = 1 mm, t : tloušťka povlaku = $8 \cdot 10^{-4}$ cm, l [cm]: pokovená délka pásku (17,5 cm), ρ [g/cm³]: hustota povlaku , pro Ni = 8,9 g/cm³, Fe = 7,8 g/cm³

SMĚSNÁ HUSTOTA (pro 20% Fe a 80% Ni) :

$$\rho = \rho_{Ni} \cdot 0,8 + \rho_{Fe} \cdot 0,2 = 8,9 \cdot 0,8 + 7,8 \cdot 0,2 = \underline{8,68} \text{ g/cm}^3$$

Výpočet pnutí:

$$\sigma = - \frac{1,57 \cdot 10^5 \cdot 0,05}{2,8} \frac{\Delta l}{l} = 522 \cdot \frac{-23,8}{17,5} = \underline{709} \text{ MPa}$$

$E = 1,67 \cdot 10^5$ MPa : modul pružnosti ocelového pásku, $d = 0,05$ mm : tloušťka pásku

Katodická proudová účinnost :

$$\eta = \frac{z \cdot F \cdot m_k}{M \cdot I \cdot \tau_k} = \frac{2 \cdot 1608 \cdot m_k}{58,128 \cdot I \cdot \tau_k} = \frac{55,3 \cdot m_k}{I \cdot \tau_k} = \frac{55,3 \cdot 0,304}{1,75 \cdot 10} = 0,961 = \underline{96} \%$$

z : Ni = 2, pro Fe = 2, F : Faradayova konstanta, $F = 96\,500$ C/mol = 1608 A. min/mol,

M [g/mol] : molární hmotnost, (Ni = 58,71 g/mol, Fe = 55,8 g/mol)

Molární hmotnost pro slitinu Ni-Fe : $0,2 \cdot 55,8 + 0,8 \cdot 58,71 = \underline{58,128}$ g/mol

Čas, při kterém je tloušťka povlaku $t = 8 \cdot 10^{-4}$ cm :

$$\tau = \frac{m \cdot l \cdot \tau_k}{m_k} = 138,88 \cdot 10^{-4} \cdot 17,5 \frac{\tau_k}{m_k} = 0,24304 \cdot \frac{10}{0,304} = \underline{8} \text{ min}$$

7.7 SHRNU TÍ VÝSLEDKŮ

Získané výsledky:

Sledujeme závislost obsahu železa v elektrolytu na vnitřní pnutí. Dále zjišťujeme jak ovlivňuje obsah železa v elektrolytu obsah železa ve vrstvě, a také si všímáme do jaké míry katodická proudová účinnost ovlivňuje obsah železa ve vyloučené vrstvě.

a) $j_k = 2 \text{ A/dm}^2$

VZOREK Č.	$C_{Fe} [\text{mol/l}]$	$X_{Fe} [\%]$	$\sigma [\text{MPa}]$	$\eta [\%]$
1.	0	0	340	92,5
3.	0,025	13,24	2141,7	95
5.	0,05	25,81	2803,9	89,4
7.	0,075	37,22	1443,7	83
9.	0,1	37,79	1765,9	92

Tab. 7.11 : Shrnutí výsledků pro katodickou proudovou hustotu 2 A/dm^2

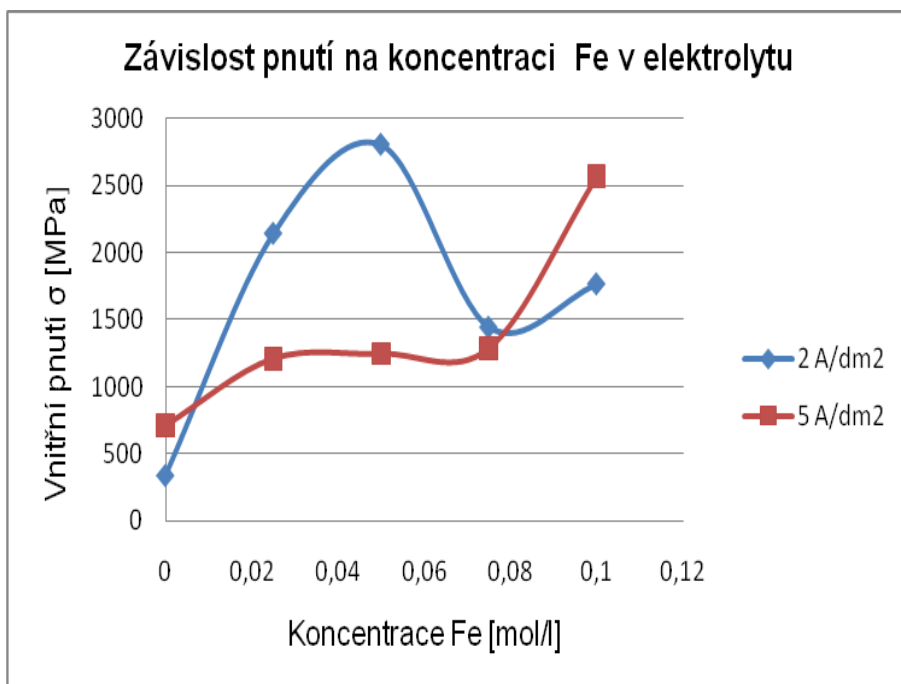
b) $j_k = 5 \text{ A/dm}^2$

VZOREK Č.	$C_{Fe} [\text{g/mol}]$	$X_{Fe} [\%]$	$\sigma [\text{MPa}]$	$\eta [\%]$
2.	0	0	709,2	96,1
4.	0,025	8,22	1208	96,5
6.	0,05	15,38	1243,9	94
8.	0,075		1285,6	80,5
10.	0,1	26,6	2568,2	95,5

Tab. 7.12 : Shrnutí výsledků pro katodickou proudovou hustotu 5 A/dm^2

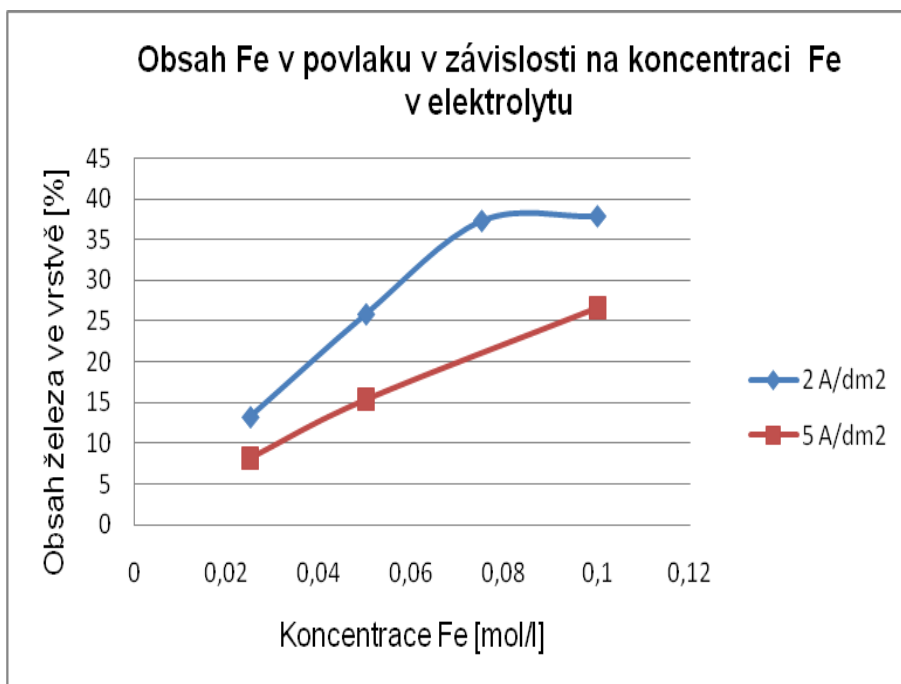
7.7.1 GRAFY ZÁVISLOSTÍ:

1.) ZÁVISLOST KONCENTRACE ŽELEZA NA VNITŘNÍ PNUTÍ V POVLAKU:



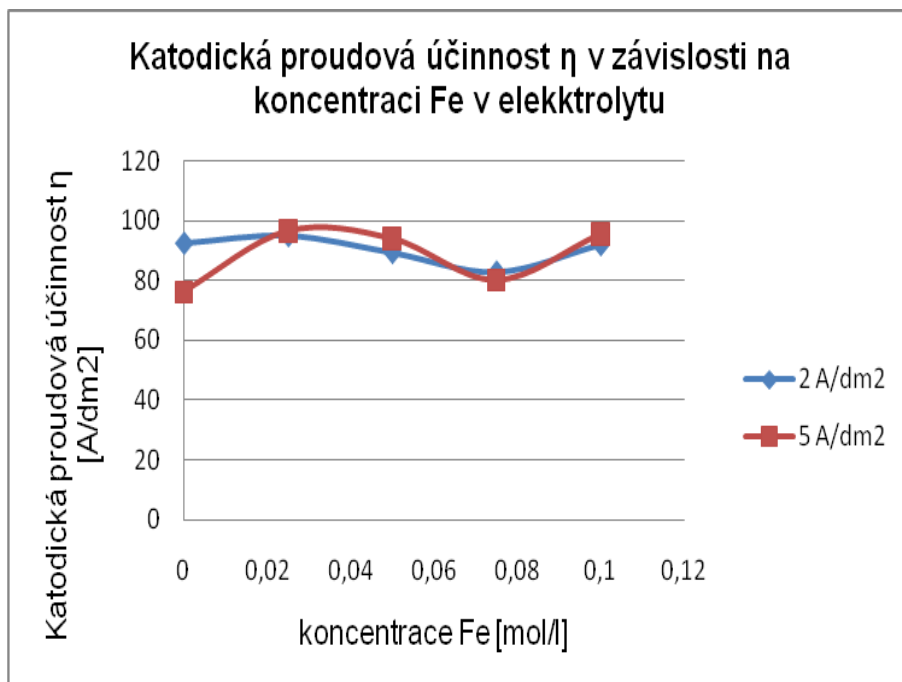
Graf 7.9 : graf závislosti koncentrace železa na vnitřní pnutí v povlaku

2.) OBSAH ŽELEZA VE VRSTVĚ V ZÁVISLOSTI NA OBSAHU ŽELEZA V ELEKTROLYTU:



Graf 7.10 : graf závislosti obsahu železa ve vrstvě na obsahu železa v elektrolytu

3.) KATODICKÁ PROUDOVÁ ÚČINNOST V ZÁVISLOSTI NA KONCENTRACI FE V POVLAKU :



Graf 7.11 : graf závislosti obsahu železa v elektrolytu na katodické proudové účinnosti

8. ZHODNOCENÍ A ZÁVĚR

V teoretické části rozebírám za jakých podmínek dochází k elektrolytickému vylučování povlaku, jaké vlastnosti musí vyloučený povlak vykazovat. Dále podrobněji popisuji, za jakých okolností dochází k napjatosti povlaku. Také se zmiňuji o vlivu technologických podmínek vylučování na mechanické vlastnosti povlaku a blíže specifikuji technologický postup při pokovení součástí.

Cílem této bakalářské práce bylo zjistit do jaké míry ovlivňují parametry vylučování pnutí ve vyloučené vrstvě, zejména při zvýšeném obsahu železa ve vyloučené vrstvě a katodickou proudovou účinnost. Sledovanými parametry bude vliv obsahu železa v elektrolytu a měnící se katodická proudová hustota, kterou pro provedení experimentu volíme 2 A/dm^2 a 5 A/dm^2 .

Následně jsem prakticky provedla laboratorní měření, abych zjistila výše uvedené závislosti. Nejprve jsem si musela namíchat základní lázeň o specifickém chemickém obsahu pro vylučování. Dále následovala příprava vzorků, které byly terčem zkoumání. Následným krokem bylo nastavení IS-metru k měření buď zkrácení nebo prodloužení vzorku vlivem napětí při vylučování povlaku. Po pokovení jsem vzorky kontrolovala nejprve vizuálně a to jak makroskopicky, tak mikroskopicky. Při ověřování tloušťek povlaků jsem zjistila, že tloušťky $8 \text{ }\mu\text{m}$, pro kterou byl experiment prováděn, byla dosažena ve všech případech. Hodnota tloušťky $8 \text{ }\mu\text{m}$ byla učena dohodou, aby byly výsledky srovnatelné v laboratoři pro různá měření.

Při porovnání výsledků dvojice vzorků uvedených v tabulce 7.11. – 7.15., které byly pokoveny v lázni o stejné koncentraci železa, jsem dospěla k těmto závěrům:

- 1.) Porovnání výsledků vzorku 1 a 2 : Při vyšší proudové hustotě se zvýšilo vnitřní pnutí a také katodická proudová účinnost.
- 2.) Porovnání výsledků vzorku 3 a 4 : U těchto vzorků jsem v lázni poprvé zvýšila koncentraci Fe. Z výsledků vyplývá, že při vyšší katodické proudové hustotě se snížilo pnutí v povlaku, ale proudová účinnost byla u vzorku z vyšší proudovou hustotou vyšší.
- 3.) Porovnání výsledků vzorku 5 a 6 : U těchto vzorků vyšly výsledky analogicky jako v předchozím případě.
- 4.) Porovnání výsledků vzorku 7 a 8 : Zde vyšli výsledky analogicky stejně předchozím výsledkům, s tím rozdílem, že katodická proudová účinnost vyšla u vzorku, u kterého jsem použila vyšší katodickou proudovou hustotu nižší.
- 5.) Porovnání výsledků vzorku 9 a 10 : Tyto vzorky mají naprosto rozdílné výsledky ve srovnání s předchozími porovnáními výsledků. Vzorek, u něhož jsem nastavila vyšší hodnotu katodické proudové hustoty vykazoval vyšší pnutí

ve vyloučené vrstvě i katodickou proudovou účinnost. Tento vzorek měl hodnotu pnutí řádově o stovky větší, než vzorek, u něhož jsem použila nižší katodickou proudovou hustotu. Pokud tento nárůst vyjádřím procentuelně, je to o 45%.

V poslední řadě jsem z grafů závislostí vyčetla tyto souvislosti :

- 1.) Z grafu znázorňující závislost pnutí na koncentraci Fe v elektrolytu mi vyplývá, že při katodické proudové hustotě 5 A/dm^2 se stoupajícím obsahem Fe v elektrolytu stoupá i pnutí, ale při katodické proudové hustotě 2 A/dm^2 dojde od obsahu Fe nad $0,075 \text{ mol/l}$ k poklesu vnitřního pnutí.
- 2.) Z grafu závislosti obsahu Fe ve vrstvě na obsahu Fe v elektrolytu je zřejmé, že při vzrůstající koncentraci Fe v elektrolytu roste i obsah Fe ve vyloučené vrstvě.
- 3.) Z posledního grafu závislosti koncentraci Fe v elektrolytu na katodické proudové hustotě, jsem usoudila, že hodnoty katodické proudové účinnosti kolísají.

9. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] **KRISTOFORY, F.** Stávající poznatky k povlakům Fe-Ni, Ostrava: VŠB-TUO Fakulta strojní, 2006
- [2] **VÍTEK, J.** Vývoj nové generace galvanických povlaků a jejich využití ve strojírenství, Habilitační práce, VŠB – TU Ostrava, 2004, 111 s.
- [3] **KRISTOFORY, F.** Studium vlastností galvanických povlaků k ochraně strojních součástí proti opotřebení: habilitační práce. Ostrava: VŠB-TUO Fakulta strojní, 2000, 86 s.
- [4] **KANIA, P.** Vlastnosti galvanických povlaků na bázi niklu a slitinových niklových povlaků, Doktorská dizertační práce. VŠB – TU Ostrava 2002, 107 s.
- [5] **OOS.ARMV.** [online]. [2010].
URL: <http://www.oos.armv.cz/cos/cos/999904.pdf>
- [6] **PRŮŠEK, J. a kol.** Hodnocení jakostí a účinnosti protikoročních ochran strojírenských výrobků. Praha : SNTL, 1985, 288 s.
- [7] **RAUB, E., MÜLLER, K.:** Fundamentals of Metal Deposition, ELsevier, 1967.
- [8] **KRISTOFORY, F., PŘIKRYL Z., SZELAG P., VÍTEK J.,** Elektrochemické povlakování, 3. díl, Niklování, mědění, chromování, pokovení méně obvyklých materiálů, závěsy progalvanotechniku. VŠB-TU Ostrava, 2005, 110s.
- [9] **KRAUS, V.** Povrchy a jejich úpravy. ZČU Plzeň, 2004, 174 s.
- [10] **POVRCHÁŘI.**[online].[20010].
URL:http://www.povrchari.cz/kestazeni/200903_povrchari.pdf

- [11] **PAKOSTA, M.:** Metodika měření vnitřního pnutí galvanických povlaků, Diplomová práce. ČVUT v Praze, 2008.

- [12] **KRISTOFORY, F.** Renovace strojních součástí galvanickými povlaky, Kandidátská disertační práce. VŠB Ostrava, 1993

- [13] **WATSON, S.A. :** Galvanoforung mit Nickel, Saulgau/Württemberg : Eugen. G. Leuze Verlag, 1976. 103s.

PODĚKOVÁNÍ

Chtěla bych vyslovit poděkování vedoucímu bakalářské práce doc. Ing. Františku Kristoforymu CSc., za poskytnutí profesionální pomoci při zpracování mé bakalářské práce. Děkuji také Ing. Ševčíkové Xenii, za poskytnutí velmi odborných praktických i teoretických poučení při aplikaci mého pokusu.

V Ostravě, dne 21.5. 2010

Julie Sýkorová